

THESES

présentées

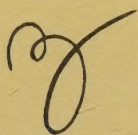
à la Faculté des Sciences de l'Université de Nantes

pour obtenir

le GRADE de DOCTEUR -INGENIEUR

par

M. GEIER



1^{ère} THESE : Contribution à l'étude de l'influence de la microségrégation sur la fissilité à chaud d'un acier inoxydable austénitique Z 10 CN 25 -20 déposé par soudure.

2^{ème} THESE : Propositions données par la Faculté.

Soutenues le **26 JUIN 1967** devant la Commission d'Examen

M. PIRONNEAU *Président*

M. DUNOYER
M. GOBIN } *Examineurs*

M. LEROY *Membre consultatif*

THESES

présentées

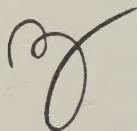
à la Faculté des Sciences de l'Université de Nantes

pour obtenir

le GRADE de DOCTEUR -INGENIEUR

par

M. GEIER



1^{ère} THESE : Contribution à l'étude de l'influence de la microségrégation sur la fissilité à chaud d'un acier inoxydable austénitique Z 10 CN 25 -20 déposé par soudure.

2^{ème} THESE : Propositions données par la Faculté.

Soutenues le

26 JUIN 1967

devant la Commission d'Examen

M. PIRONNEAU *Président*

M. DUNOYER

M. GOBIN

M. LEROY

} *Examineurs*

Membre consultatif

FACULTE DES SCIENCES

	Doyen	M. BRILLOUET	
	Assesseur	M. GARRIGUES	
Professeurs		MM. BRILLOUET	Sciences Mathématiques
		MOLINARO	
		PAUC	
		PETRESCU	
		PIRONNEAU	
		RAFFIN	
		RAVILLY	
		VIVIER	
		AVIGNON	Sciences physiques
		BOULLLOUD	
		COLLET	
		MEZENECV	
		MINN	
		MOUTON	
		DUNOYER	Sciences chimiques
		GOBIN	
		GRAFF	
		QUINIOU	
		WOJTKOWIAK	
		M ^{lle} DEBRAUX	Sciences biologiques
		MM. DUPONT	
		GARRIGUES	
		PIERI	
		SELLIER	
		OTTMANN	Sciences de la Terre
Maîtres de Conférences		MM. JOLIVET A.	Sciences Mathématiques
		LAMEAU	
		IBISCH, M.C. associé	
		BARDON	Sciences physiques
		GOUREAUX	
		GRANGE	
		GUEVEL	
		LASKAR	
		M ^{lle} OFFRET	
		MM. SULMONT	
		JOLIVET J.	Sciences chimiques
		MARTIN	
		POINTEAU	
		ROUXEL	
		TOURNOUX	
		AMOURIQ	Sciences biologiques
		M ^{lle} ASTIE	
		M ^{me} LE DOUARIN	
		MM. LE DOUARIN	
		CAVET	Sciences de la Terre
		FORESTIER	
	Secrétaire	M. PAILLET	

A Monsieur le Professeur F. GOBIN,

mon Maître et mon Ami,

hommage de respect et de profonde reconnaissance.

Avec ma profonde gratitude à Monsieur le Professeur PIRONNEAU,
Directeur de l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et Profes-
seur à la Faculté des Sciences de Nantes ,
et à Monsieur le Professeur DUNOYER, de la Faculté des Sciences
de Nantes,
pour avoir bien voulu accepter d'être Président et Membre de mon Jury.

Avec mes remerciements à Monsieur LEROY, Directeur de l'Institut
de Soudure, qui a bien voulu accepter d'être Membre de mon Jury à
titre consultatif.

TABLES DES MATIERES

-:-:-

		Pages
INTRODUCTION	-	1
CHAPITRE I	- Notions théoriques modernes sur la fissuration à chaud des soudures et des pièces moulées.	3
CHAPITRE II	- Essais de fissuration.	21
CHAPITRE III	- Essais de traction rapide à chaud.	35
CHAPITRE IV	- Etude métallographique au microscope optique et au microscope électronique. Essais de dureté sur cordons de soudure.	49
CHAPITRE V	- Etude en microscopie à chaud sur platine chauffante.	65
CHAPITRE VI	- Résultats d'analyse à la microsonde de CASTAING.	71
CHAPITRE VII	- Etude par diffraction de rayons X.	81
CHAPITRE VIII	- Analyse par spectrofluorescence X.	89
CHAPITRE IX	- Conclusions	93
BIBLIOGRAPHIE	-	95
REMERCIEMENTS	-	98

- . -

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE L'INFLUENCE DE LA MICROSEGREGATION
SUR LA FISSILITE A CHAUD
D'UN ACIER INOXYDABLE Z 10 CN 25-20
DEPOSE PAR SOUDURE

INTRODUCTION

Dr. SEFERIAN écrit dans son excellent ouvrage : "METALLURGIE DE LA SOUDURE" :

L'ampleur prise par les applications des procédés de soudage dans tous les domaines de la construction, les dimensions de plus en plus gigantesques des ouvrages soudés... obligent les Ingénieurs... à se pencher plus attentivement sur l'aspect métallurgique de la soudure... Toutefois, devant l'étendue du sujet, notre ambition s'est limitée à l'étude des facteurs métallurgiques qui interviennent sur la soudabilité des aciers.

Le problème fondamental qui domine la soudabilité des métaux et de leurs alliages est sans conteste celui de la sensibilité à la fissuration de l'assemblage.

La seule étude envisagée ici traite de la fissuration de la zone fondue d'une soudure inoxydable de nuance 25 % Gr, 20 % Ni. (Z 10 CN 25-20).

La fissuration du métal déposé dans les assemblages soudés de nuance Z 10 CN 25-20 utilisés dans l'industrie constitue un problème grave. Cette nuance est malheureusement sujette à la fissuration en cours de solidification ou au voisinage du solidus. La présente étude a pour but de déterminer l'influence de la microségrégation dans le métal déposé sur la résistance à la fissuration de la zone fondue.

Il est, en effet, intéressant d'évaluer comment les éléments d'alliage contribuent ou non à accroître l'intensité du phénomène de fissuration inter dendritique à chaud.

En conséquence, nous nous sommes proposé d'étudier l'influence d'additions progressives de silicium de manière systématique et de rechercher les causes fondamentales de la fissilité de l'acier Z 10 CN 25-20 déposé par soudure en cours de solidification et refroidissement à partir de l'état liquide.

Nous avons pour cela fait appel à divers moyens d'essais et de recherche :

- essais de fissuration
- essais de traction rapide à chaud
- métallographie optique et électronique
- microscopie sur platine chauffante
- microsonde de CASTAING
- diffraction de rayons X
- spectrofluorescence de rayons X

CHAPITRE I

-:-:-

NOTIONS THEORIQUES MODERNES SUR LA FISSURATION A CHAUD

DES SOUDURES ET DES PIECES MOULEES

-:-:-

Avant d'entreprendre l'exposé des résultats de nos essais et afin de pouvoir vérifier leur bonne ou mauvaise relation avec la littérature, nous avons jugé nécessaire de commencer par un rapport succinct des théories modernes concernant la fissuration à chaud ou en cours de solidification des soudures.

Ces théories appartiennent à deux écoles dont on trouve des partisans aussi bien en U.R.S.S. qu'aux Etats-Unis d'Amérique.

Pour les uns, la fissuration s'amorcerait à des températures supérieures à celle du solidus et serait liée à la présence d'une teneur critique des éléments ségrégés sous forme d'agrégat eutectique aux joints^{des} grains à facies dendritique.

Pour les autres, l'origine des fissures serait liée au phénomène de groupement des imperfections du réseau en joints polygonisés et s'amorcerait à des températures situées légèrement sous le solidus.

1,1 - THEORIE DU SUPER-SOLIDUS

SEGREGATION

Mécanismes et causes de la fissuration à chaud des soudures austénitiques monophasées

Théories de APBLET. PELLINI. ROLLASNON. ROBERTS. (U.S.A)
MEDOVAR. RABKIN. KUMIN. LASHKO (U.R.S.S.)
BORLAND (Angleterre) (1 à 10)

1,11 - Théorie de la fragilité de retrait-

Pour certains chercheurs, la cause fondamentale de la fissuration en cours de solidification d'un alliage est l'incapacité du réseau semi-rigide des dendrites interpénétrées, de résister aux contraintes de retrait qui lui sont imposées au cours du refroidissement dans une certaine plage de fragilité située dans l'état mixte solide - liquide.

Les origines de cette théorie résultent d'études de fissuration à chaud des alliages d'aluminium (11). Mais elle est également applicable aux autres alliages.

1,111 - Mécanisme de la fissuration-

- Au cours de la solidification, dans l'intervalle liquide-solide, les dendrites primaires grossissant aux dépens du liquide résiduel se rencontrent pour la première fois et s'interpénètrent en formant un réseau cohérent. La température est alors dite température de cohésion.

Des ponts solides sont alors créés entre les dendrites ou les basaltes.

- Au cours du refroidissement ultérieur, les contraintes de retrait se développant, les ponts solides peuvent subir une déformation plastique. Si une certaine contrainte critique se trouve dépassée, la rupture des ponts solides peut se produire et créer une faille dans le réseau des dendrites et basaltes.

Il peut aussi se produire un déplacement des cristaux dans la masse semi-solide. C'est le phénomène d'adaptation qui évite aux fissures de s'amorcer.

Les microfissures créées peuvent persister ou non selon la quantité de liquide résiduel :

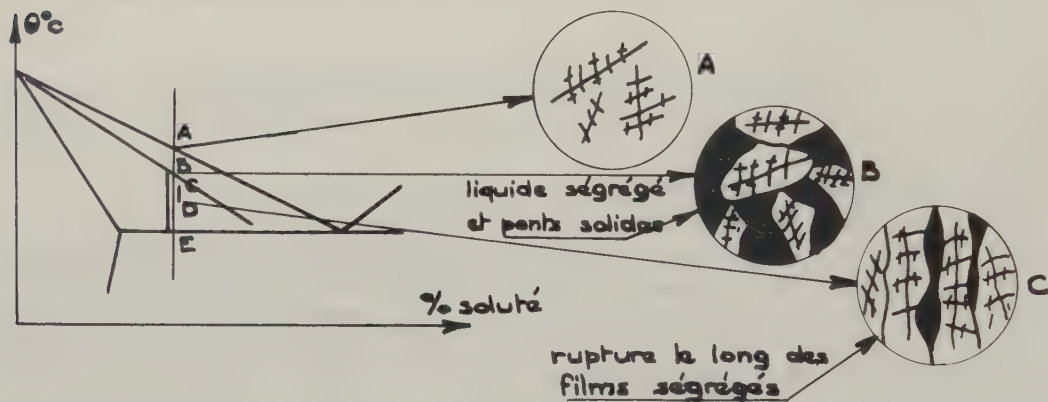
. s'il y a peu de liquide résiduel, celui-ci ne remplit pas les microfissures et se solidifie en donnant une phase ségrégée du type eutectique ou du type composé intermétallique.

Une fois solidifiée, la phase ségrégée peut, selon sa nature, subir une rupture fragile sous les contraintes de retrait. Cette rupture est d'autant plus facile que l'amorce de fissure crée une forte concentration de contraintes sur la phase ségrégée.

. s'il y a beaucoup de liquide résiduel s'écoulant entre les dendrites ou les basaltés, ce liquide remplit les microfissures et les cicatrise. Ce phénomène, dit "healing", ne permet pas à la fissuration de se développer.

1,112 - Schéma du mécanisme de la fissuration -

Figure 1



1,113 - Intervalle effectif de cristallisation - Intervalle de fragilité (voir figure 1)

Appelons A le point pour lequel le premier germe solide cristallise,
B le point pour lequel les dendrites se rencontrent pour la première fois : température de cohésion,
C le point pour lequel les contraintes de retrait amorcent la première rupture des ponts solides entre les dendrites,
D le point pour lequel le matériau recouvre sa ductilité,
E le point du solidus de non équilibre (tenant compte des ségrégations).

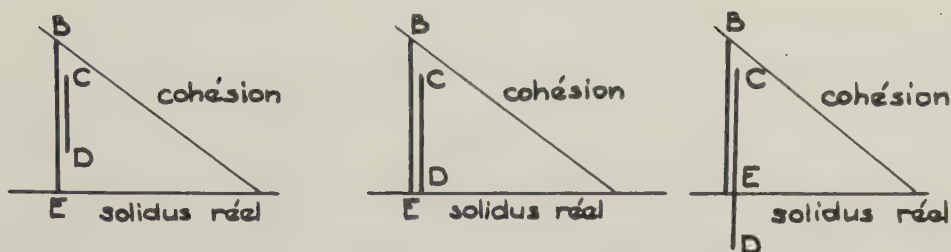
On appelle ;

B E = intervalle effectif de cristallisation
C D = intervalle de fragilité

L'interval de fragilité (point D) peut se terminer ;

- . au-dessus du solidus réel
- . au solidus réel
- . au-dessous du solidus réel (voir figures 2 et 3)

Figures 2 et 3



Dans les deux premiers cas, la fissuration est interdendritique ou intergranulaire.

Dans le troisième cas, la fissuration se fait avec déformation plastique et peut, si le point D est situé très au-dessous du solidus réel, être intragranulaire.

Les fissures qui s'amorcent au-dessus du solidus réel sont appelées criques de solidification.

Celles qui se forment au-dessous du solidus sont appelées fissures à chaud. Elles nécessitent de plus fortes tensions que les criques de solidification. Leur cause est probablement une hétérogénéité structurale ou mécanique. Ainsi l'existence d'une phase ségrégée peut diminuer fortement la plasticité ou la résistance locale des joints de dendrites ou basales.

Remarque : Par la suite, dans notre étude, nous ne distinguerons pas les criques de solidification des fissures à chaud, le résultat étant toujours une destruction du joint soudé.

En conclusion, on peut dire que la susceptibilité à la fissuration est d'autant plus grande que :

- l'intervalle de fragilité est plus grand,
- l'intervalle effectif de cristallisation est plus grand.

1,114 - Facteurs de résistance à la fissuration -

Les travaux de la Seconde Conférence sur la fissuration à chaud dans les joints soudés, les moulages et les lingots (12) qui s'est tenue les 22 et 23 Mai 1962 à Moscou ont permis de dégager les paramètres de résistance à la fissuration à chaud.

La susceptibilité à la fissuration est liée à trois facteurs :

a) l'intervalle de fragilité -

Plus l'intervalle de fragilité est important, plus le métal est sensible à la fissuration. L'importance de l'intervalle de fragilité est elle-même fonction de la teneur en éléments d'alliage, de la ségrégation de certains éléments, des formes et dimensions des cristaux, de la vitesse de refroidissement et de la vitesse de déformation des cristaux.

b) la déformabilité dans l'intervalle de fragilité -

La déformabilité ou ductilité du matériau dans l'intervalle de fragilité dépend du rapport des volumes des phases liquide et solide en présence, du type de cristallisation (forme, dimensions des cristaux), de la répartition de la phase liquide entre les cristaux, de la ségrégation et de la vitesse de déformation.

c) la vitesse de déformation par rapport à la température

La dérivée de la déformation par rapport à la température $\frac{dl}{d\theta}$ appelée "déformation-temps" est un paramètre mis en évidence par les chercheurs russes. Sa valeur maximale peut être représentée par le rapport :

$$\frac{\text{allongement maximal}}{\text{intervalle fragile}} = \frac{\Delta l}{\theta_c - \theta_D}$$

Ce paramètre est lié au coefficient de dilatation linéaire du matériau, à la rigidité du support (moule) et au gradient de température.

Remarque : Dans les essais de fissuration que nous utiliserons, permettant d'évaluer l'influence d'un élément d'addition sur la susceptibilité de fissuration à chaud ou en cours de solidification, on peut négliger le paramètre "déformation-temps", car il est pratiquement constant d'un essai à l'autre.

En effet, le gradient de température est le même pour tous les essais, la rigidité du moule est constante et le coefficient de dilatation varie peu pour de faibles additions en éléments d'alliage.

1,12 - Théorie de la fissuration à chaud sous contrainte -

1,121 - Mécanisme de la fissuration -

Certains chercheurs pensent que les fissures ne se forment que dans les derniers instants de la solidification quand l'état de film liquide est atteint et que les contraintes localisées sont importantes.

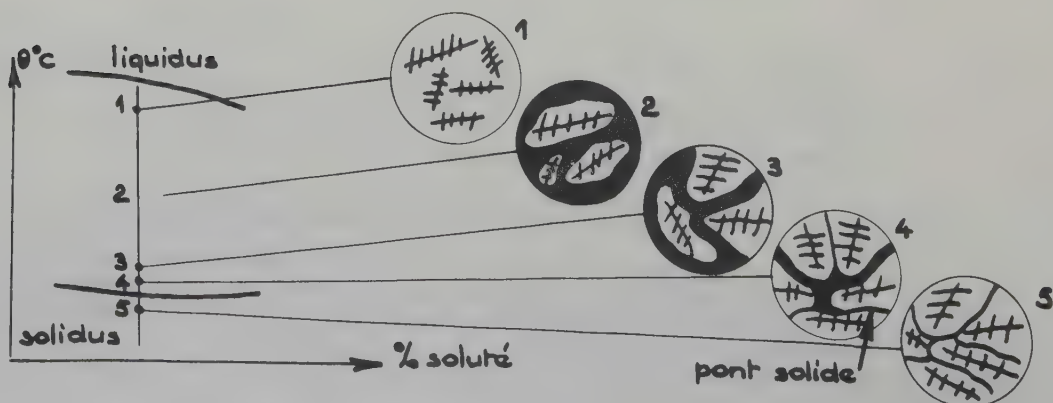
Ainsi PELLINI, APBLET et leurs collaborateurs (6-7) supposent que la fissuration à chaud est provoquée par de fortes contraintes localisées, établies par les gradients thermiques. Ces contraintes localisées tendent à séparer les masses solides de matériau, unies entre elles par de fins films liquides continus ou presque continus.

Cette théorie diffère légèrement de la précédente, puisqu'on soutient que la fissuration ne peut pas se produire dans un intervalle de fragilité situé dans l'état mixte liquide-solide pour lequel les contraintes sont uniformément réparties.

1,122 - Représentation schématique du mécanisme -

La figure n° 4 résume les divers stades de solidification du métal

Figure 4



1. début de formation des dendrites.
2. croissance des dendrites.
3. film liquide entre les dendrites.
4. fin du stade film liquide. De nombreux ponts solides entre les dendrites se sont formés.
5. solide.

La fissuration à chaud se développe près du solidus, au moment où les contraintes de retrait sont concentrées sur de minces films liquides (stade 4). Les dendrites ou basaltes se séparent, provoquant des ruptures interdendritiques le long des films liquides.

Si les contraintes imposées sont insuffisantes pour provoquer la rupture des ponts solides, le métal franchit la température du solidus sans rupture. Cette rupture ne se produira pas ensuite, puisqu'il n'y a plus de film liquide.

1,123 - Facteurs de résistance à la fissuration.

La résistance à la fissuration dépend des facteurs qui déterminent l'état de film liquide, c'est-à-dire :

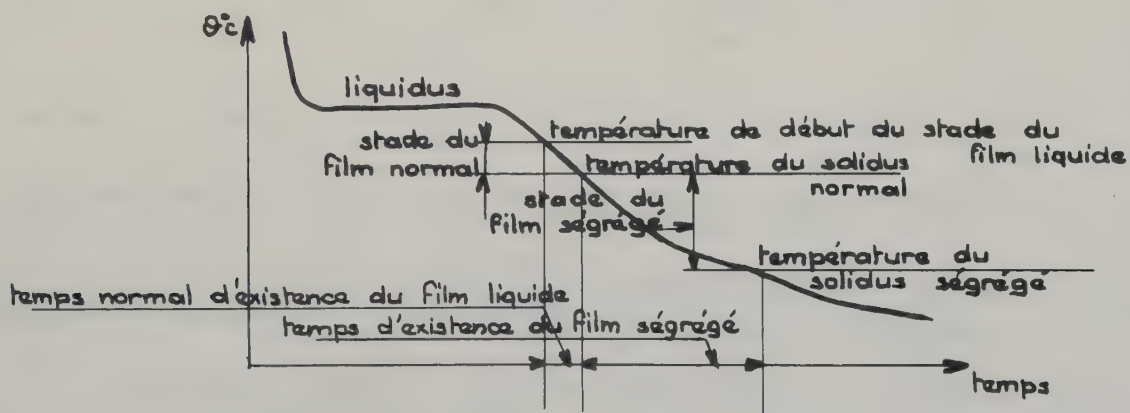
- . durée d'existence du film liquide,
- . répartition des films liquides,
- . température du film liquide.

Durée d'existence du film liquide -

Si le stade film liquide dure longtemps, le champ de contraintes sur les ponts solides entre les dendrites a le temps de se développer. La rupture de ces ponts ou interfaces solide-solide peut se produire.

La présence d'éléments ségrégués qui produisent des films eutectiques à bas point de fusion augmente considérablement la tendance à la fissuration. Ceci est dû à l'existence de films liquides à des températures très au-dessous du solidus normal. La figure n° 5 représente le phénomène de refroidissement.

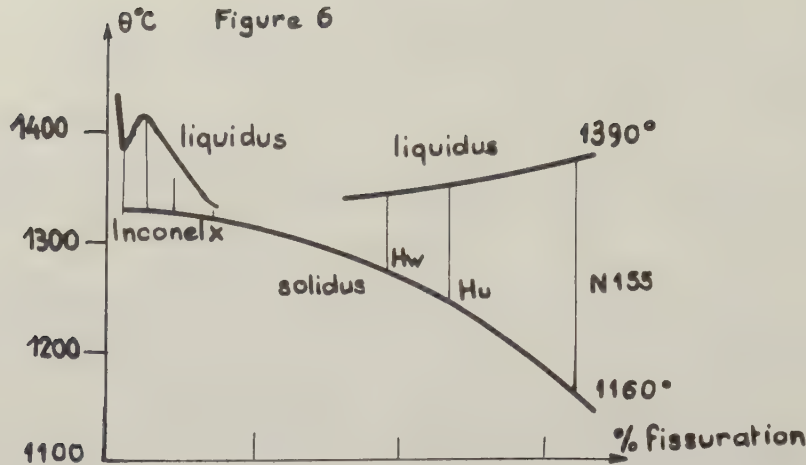
Figure 5



Influence de l'intervalle de solidification et Influence de la température du solidus.

PELLINI et APBLET (6) ont déterminé par analyse thermique les températures de liquidus et de solidus de quelques alliages à haute résistance à chaud et relié l'intervalle de solidification au taux de fissuration des soudures.

Leurs résultats sont groupés sur la figure n° 6.



La fissuration à chaud la plus importante est obtenue pour l'alliage qui a l'intervalle de solidification le plus grand et la plus basse température de solidus (ex. N.155). Les alliages qui ont une température de solidus élevée fissurent peu (ex. Inconel X).

L'intervalle de solidification semble avoir une influence secondaire.

La température de solidus semble être beaucoup plus importante.

Répartition des films liquides

Selon BOTCHVAR (11), pour un alliage binaire, le taux de fissuration est fonction de :

- la quantité de liquide ségrégué
- sa répartition (microstructure)

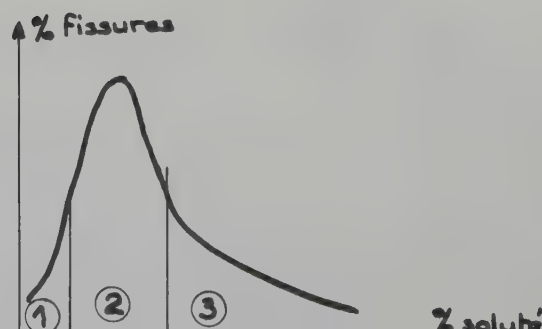
PELLINI et APBLET (6) ont constaté d'autre part que les alliages qui sont très sensibles à la fissuration ont une structure dirigée en basaltes alignés, presque parallèles, dite "columnar structure". Les alliages moins sensibles ont une structure équiaxe.

Il est donc intéressant d'étudier la microstructure et de relier la disposition des films eutectiques ségrégués à la susceptibilité de fissuration.

- s'il y a peu d'eutectique : la fissuration a lieu, la quantité d'eutectique ne peut pas remplir les micro-fissures,
- s'il y a beaucoup d'eutectique : la fissuration est de moins en moins importante. Il y a cicatrisation ou guérison liquide des micro fissures dès leur formation.

La figure n° 7 représente le phénomène et peut être divisée en trois zones.

Figure 7



zone 1. Très peu de ségrégation -

Il n'y a pas, ou peu, de fissuration, l'eutectique est en fins globules aux joints des dendrites, comme indiqué à la figure n° 8.

zone 2. Ségrégation moyenne -

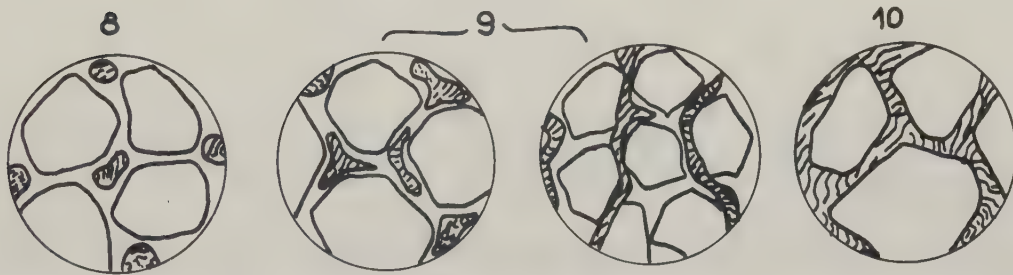
la fissuration croît avec la teneur en éléments ségrégés (S, C, P, Si...)

L'eutectique se dispose en phase interdendritique de plus en plus continue aux joints des dendrites ou en filaments. (voir figure 9).

zone 3. Ségrégation très importante -

La fissuration diminue, car il y a cicatrisation des microfissures formées. L'eutectique se dispose en un réseau continu autour des dendrites et basalles. On obtient une structure diphasée pour laquelle l'eutectique se solidifie en bloc. (voir figure n° 10).

Figures 8 9 et 10



1,13 - Théorie moderne généralisée (BORLAND) -

L'expérience permet de soutenir à la fois les deux théories précédentes :

- de la fragilité de retrait : existence d'intervalle de fragilité,
- du film liquide.

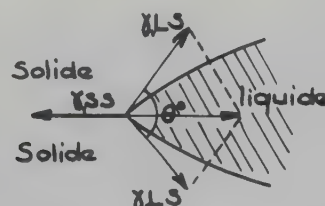
La théorie généralisée de BORLAND présentée ci-dessous concilie les deux théories.

La distribution du liquide au cours de la solidification est reliée aux propriétés physiques, particulièrement aux énergies interfaciales entre les phases solides et liquides concernées.

La signification des énergies libres des faces des grains et des phases intergranulaires dans les alliages a été discutée par SMITH (13) en déterminant la forme et la distribution des microconstituants, mais cela n'a pas été appliqué aux soudures.

L'énergie entre les phases des joints intergranulaires est reliée à l'angle dièdre . (voir figure n° 11).

Figure 11



A l'équilibre, on a :

$$2 \gamma_{LS} \cos \frac{\theta}{2} = \gamma_{SS}, \text{ d'où } \frac{\gamma_{LS}}{\gamma_{SS}} = \frac{1}{2 \cos \frac{\theta}{2}} = \Gamma.$$

- γ_{LS} est l'énergie liée à la tension existante entre les phases solide (S) et liquide (L), dite énergie interfaciale (en J/m²).
- γ_{SS} est l'énergie liée à la tension existante entre deux grains solides ou énergie interfaciale solide/solide (en J/m²).
- θ est l'angle dièdre compris dans le liquide.
L'angle dièdre θ peut être mesuré sur une coupe métallographique après refroidissement du liquide.

Le rapport $\Gamma = \frac{\gamma_{LS}}{\gamma_{SS}}$ est d'une importance particulière et sera désigné ci-après par le sigle Γ .

L'angle dièdre est nul pour $\Gamma = 0,5$. En effet :

$$\Gamma = \frac{1}{2} = \frac{1}{2 \cos \frac{\theta}{2}}; \quad \cos \frac{\theta}{2} = 1; \quad \theta = 0$$

Pour toutes les valeurs $\Gamma = 0,5$, θ est aussi nul. Dans les alliages où les solutions solides sont étendues, quand le liquide est de composition voisine de celle des particules solides déjà précipitées, le "mouillage" des faces et des lisières des grains est presque total.

Pour que ce phénomène se produise, il faut que Γ soit légèrement plus grand que 0,5.

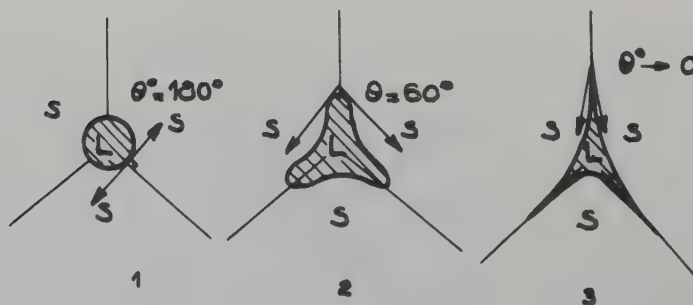
Si cette condition existe dans le bain de soudure dans un intervalle de température suffisamment grand au cours du refroidissement, on peut penser alors que des fissures puissent se produire sous l'effet des contraintes de retrait, parce que, seules, de petites surfaces entre les joints de grains seraient reliées (à l'état solide) à ce moment-là.

Lorsque les métaux ne sont pas miscibles à l'état fondu et qu'un des métaux se solidifie, on a : $\Gamma \gg 0,5$ et le liquide est placé aux intersections des joints des grains (voir figure 12-1). Dans ces systèmes, la sensibilité à la fissuration est faible.

Les différents cas possibles sont ainsi en général, pour les alliages :

- $\Gamma \gg 0,5$ et $\theta \geq 90^\circ$ pas de fissuration (fig. 12,1)
- $\Gamma = 0,57$, $\theta \approx 60^\circ$ il peut exister un film continu le long des joints des grains au voisinage des intersections. L'alliage est plus sensible à la fissuration (voir fig. 12-2)
- $\Gamma \leq 0,5$, $\theta \rightarrow 0$ le liquide est capable de pénétrer entre les grains existants, et ce faisant, de détruire la cohésion intergranulaire des joints adjacents (voir fig. 12-3)

Figure 12

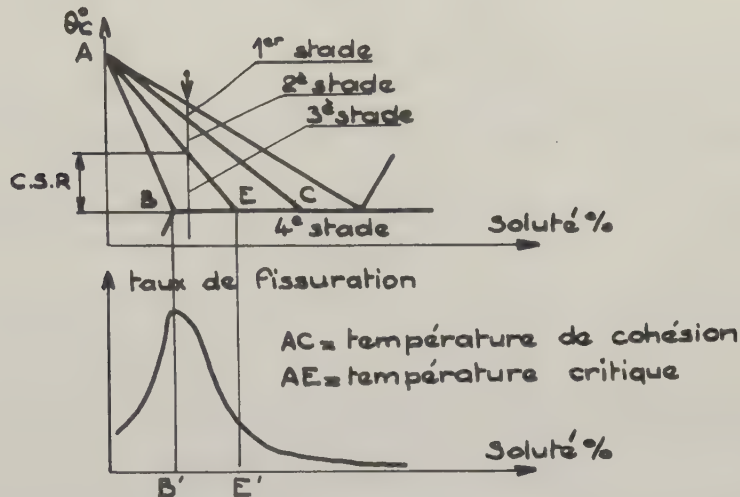


Dans ces conditions, les contraintes imposées aux cristaux en cours de refroidissement seraient nulles, parce qu'il n'y a pas de liaison solide entre les cristaux.

En supposant qu'aucun changement de phase ne se produise au cours du refroidissement, le rapport Γ s'accroît pour la plupart des alliages et Γ atteint une valeur $\Gamma > 0,5$ avant que la solidification ne soit complète.

1,131 - Divers stades de la solidification (voir figure n° 13)

Figure 13



1^{er} Stade : Formation des premières dendrites -

La phase solide est dispersée, tandis que la phase liquide est continue. Les phases solide et liquide sont capables toutes deux de mouvement relatif. Il n'y a pas de fissuration.

2^{ème} Stade : Interpénétration des dendrites -

Les phases solide et liquide sont toutes deux continues, mais seul le liquide est capable de circuler librement entre les dendrites interpénétrées formant un réseau continu. La guérison liquide est possible.

3^{ème} Stade : Grossissement du grain -

Les cristaux solides sont dans un état avancé de développement. Leur réseau semi-continu diminue le libre passage du liquide. Tout mouvement relatif des deux phases devient impossible. Il y a accommodation du solide. Pas de guérison liquide possible.

4^{ème} Stade : Solidification -

Le liquide résiduel ségrégué s'est solidifié. BORLAND pense que les matériaux sont susceptibles de se fissurer une fois qu'ils se sont refroidis au-dessous de la température de cohésion. Ce qui correspond au 2^{ème} stade de solidification du processus de refroidissement ci-dessus indiqué.

Si une fissure s'est créée au cours de ce 2ème stade, il est possible qu'elle soit comblée par un écoulement de liquide dans le vide ainsi formé, tout particulièrement lorsqu'il y a une grande quantité de liquide présent.

L'importance relative de la guérison liquide "healing" et de l'adaptation "accomodation" n'a pas été suffisamment expliquée. On peut soutenir que la guérison liquide est seulement possible au cours du 2ème stade, c'est-à-dire au stade d'interpénétration des dendrites, puisqu'après ce stade, la formation cristalline empêche la libre circulation du liquide.

"L'adaptation" est possible une fois que les dendrites se sont rejointes, mais elle devient seulement prépondérante au cours du 3ème stade, dit de grossissement du grain, où les fissures qui se forment ne peuvent pas être comblées par le phénomène de "guérison liquide"

Pour éviter toute confusion avec les précédentes conceptions de la plage de fragilité, le 3ème stade de refroidissement peut être appelé : "Critical solidification Range" ou intervalle critique de solidification, sigle : "C.S.R." et la température de début du 3ème stade peut être appelée température critique ou T.C. (voir figure 13).

Comme déjà mentionné par d'autres chercheurs, le bain de fusion de la soudure ne se refroidit pas dans les conditions d'équilibre thermique. Il est ainsi possible que le liquidus et le solidus soient abaissés par sous-refroidissement, et le solidus peut être aussi abaissé par manque de diffusion.

L'effet de ces phénomènes est d'accroître l'intervalle de solidification critique C.S.R. et d'augmenter ainsi la probabilité de fissuration.

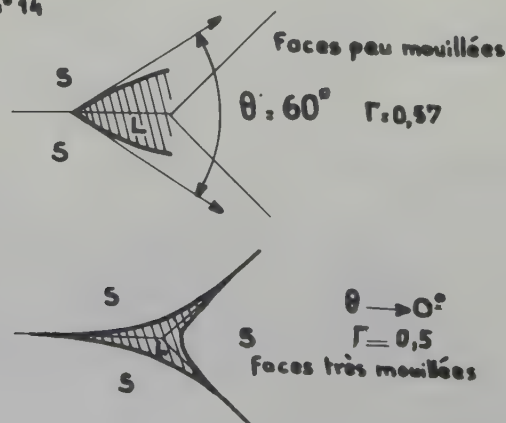
1,132 - Effet des énergies en présence entre les phases aux joints des grains (angle dièdre)

On pense à présent que le rapport $\Gamma = \frac{\gamma \cdot S \cdot L}{\gamma \cdot S \cdot S}$ gouverne la

distribution du liquide au cours des dernières étapes de la solidification (c'est-à-dire en-dessous de la température critique T.C.) quand le grain grossit.

Une grande valeur de Γ (on admettra que Γ change peu dans l'intervalle critique de solidification), c'est-à-dire $\Gamma > 0,57$, donne $\theta = 60^\circ$ et arrange la masse liquide de façon à permettre aux faces des grains de se relier solidement. Ce qui empêche la formation de fissures (voir figure n° 14).

Figure n° 14



D'autre part une valeur de Γ voisine de 0,5 permet au liquide de rester sur les faces des grains comme un film presque continu, empêchant ainsi aux faces des grains de se relier rapidement. Ce qui permet à de fortes contraintes de s'établir localement et à des fissures de se développer (voir figure n° 14).

Comme corollaire, on peut dire que si des films liquides continus existent, les fissures ne se forment pas, parce que les contraintes exercées sur ces films sont faibles. D'ailleurs, un pont ne peut pas se former et il n'y a pas d'intervalle critique de solidification. (C.S.R.)

D'une manière idéale, des fissures ne peuvent se former que lorsque $\Gamma < 0,5$. Cette condition existe seule dans la pratique pour un métal pur qui se solidifie.

Les solutions solides se refroidissent aussi de la même façon que les métaux purs.

Dans la pratique, à cause des vitesses de refroidissement rapides (cas des soudures), les conditions d'équilibre ne sont pas obtenues et les solutions solides donnent au refroidissement des valeurs de Γ juste supérieures à 0,5, ce qui veut dire qu'il y a des valeurs de θ très faibles.

Les solutions solides sont susceptibles de se fissurer dans des conditions de refroidissement rapide (non équilibre).

D'une manière générale, on peut dire que l'accroissement de la valeur Γ avec un refroidissement au-dessous de la température critique concourt à l'accroissement des contraintes thermiques.

La fissuration est évitée seulement quand les contraintes imposées sur les ponts solides entre les dendrites croissantes ne dépassent pas une valeur critique (charge de rupture du matériau à cette température).

Les contraintes sont fonction de la section des ponts solides entre les grains, section résistante aux efforts de retrait.

La distribution et la quantité de liquide dépendent ;

- de la grosseur du grain,
- de la forme du grain,
- de la pente du liquidus et du solidus. Ces pentes déterminent la composition du liquide en contact avec les cristaux qui grossissent. La composition du liquide détermine les tensions interfaciales γ . L S et le rapport Γ .

L'effet de la température sur Γ (en supposant aucun changement dans la composition du liquide) est inférieur à 10^{-4} J/cm².°C et est très voisin de l'énergie interfaciale entre les grains qui est de $0,5 \cdot 10^{-4}$ J/m².°C.

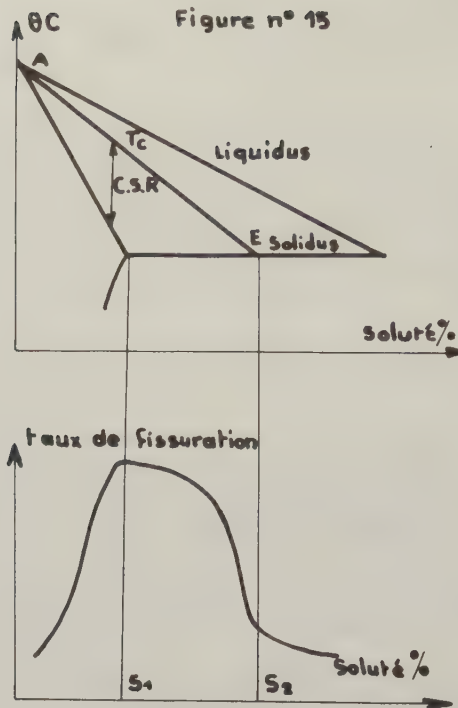
Dans les conditions du soudage, il semble probable que la valeur de Γ dans l'intervalle critique de solidification (C.S.R.) est créée au cours des premiers instants de la solidification. Cette valeur de Γ persiste à plus basses températures, des valeurs d'équilibre ne pouvant plus s'établir instantanément.

Pour des alliages contenant peu de soluté (cas des soudures), il semblerait que la pente initiale du liquidus soit très importante.

On ne sait pas trop si c'est la valeur de l'intervalle C.S.R. ou celle de l'angle dièdre θ qui joue le rôle le plus grand dans la propagation des fissures.

1,133 - Effet d'addition d'éléments dissous.

Raisonnons sur un diagramme binaire classique pour lequel A E est le lieu des températures critiques (voir figure n° 15).



1°) Soluté $S < S_1 \%$ -

- lorsque la teneur en soluté augmente, la température critique est abaissée (à cause de plus grandes quantités de liquides persistant à des températures plus basses - Règle des segments inverses -).

Le solidus est aussi abaissé (à cause des changements de solubilité dans le solide).

- l'intervalle de solidification s'accroît.

- l'intervalle critique de solidification s'accroît (C.S.R.) (à cause d'une plus grande quantité d'alliage se solidifiant en état de non équilibre).

- $\Gamma \approx 0,5$.

Conclusion : jusqu'à $S_1 \%$ de soluté, le taux de fissuration s'accroît, parce que l'effet de réseau du soluté augmente.

Ceci est bien en accord avec nos résultats.

2°) Soluté $S_1 \% < S < S_2 \%$ -

Une fois dépassé $S_1 \%$, la température du solidus ne s'abaisse plus (on a atteint la limite de solubilité à l'état solide).

$\Gamma > 0,5$ augmente avec $S \%$.

D'autre part, T.C. continue de baisser, d'où C.S.R. diminue de largeur.

Conclusion : Lorsque $S_1 \rightarrow$ vers S_2 , le taux de fissuration diminue, car l'intervalle critique C.S.R. diminue.

3°) Soluté $S > S_2$ -

L'intervalle C.S.R. est nul.

Conclusion : il n'y a plus de fissuration, parce que l'intervalle critique est nul.

1,134 - Application de la théorie du super-solidus.

Pour appliquer la théorie généralisée, il serait nécessaire de connaître la relation entre l'angle dièdre et la température T dans les conditions du soudage (conditions de non équilibre).

Malheureusement, nous ne connaissons que la relation entre l'angle dièdre θ et la température T pour certains matériaux, dans des conditions d'équilibre (refroidissement très lent).

Ainsi, une estimation très limitée de la théorie peut seulement être faite actuellement.

Des essais sur le système Fer-Soufre indiquent que l'énergie interfaciale entre le Fer et le sulfure de fer liquide, soit $\gamma_{L S}$, est peu supérieure à $\frac{1}{2} \gamma_{S S}$ entre les grains solides à environ 1000-1200°C.

Donc, $\gamma_{L S} > \text{ou } \approx \frac{1}{2} \gamma_{S S}$

et $\frac{\gamma_{L S}}{\gamma_{S S}} \gg 0,5$ (on a trouvé 0,512 ; 0,518).

Ces résultats permettent de penser que la présence de S dans l'acier doux est nuisible, puisque $\theta \approx 0^\circ$.

Malgré le manque d'informations sur les relations entre l'angle dièdre θ et la température T, l'application de la théorie généralisée n'est pas trop limitée.

Un alliage est fortement sensible à la fissuration à chaud, quand la composition du liquide en contact avec les cristaux qui grossissent est semblable à celle du solide et varie très peu dans un intervalle de température.

Les systèmes binaires qui satisfont dans une large mesure à ces conditions sont ceux qui ont :

- un petit intervalle de solution solide primaire,
- un solidus presque vertical,
- un liquidus à faible pente.

Les alliages les plus susceptibles de fissuration seraient ceux qui contiennent une petite quantité de soluté. Les alliages qui ont une forte proportion de soluté ont une composition de phase liquide qui est très différente de celle du solide.

Application : la fissuration peut être évitée si la composition de la phase liquide est modifiée de façon à être très différente de celle de la phase solide.

Exemple : Effet du manganèse dans la réduction de la fissuration des aciers doux, due au soufre. Dans le liquide résiduel aux joints des grains, le fer peut être remplacé par le manganèse. Ce qui

élève la valeur de $\Gamma = \frac{\gamma_{L S}}{\gamma_{S S}}$. Il n'y a pas besoin que du sulfure de manganèse Mn S se forme pour éviter la fissuration.

1,135 - Conclusions

1°) Les microfissures se forment plus facilement, lorsque les films liquides sont presque continus.

Ainsi de fortes contraintes sollicitent les ponts étroits solides formés entre les dendrites.

- 2°) Avec des films liquides moins continus, les ponts solides sont plus épais, de plus fortes contraintes sont nécessaires pour provoquer la fissuration.
- 3°) Si le liquide sur les faces des grains est de composition voisine du solide précédemment formé, il y a fissuration. La fissuration est éliminée, si la phase liquide est de composition très différente du solide.

1,2 -

THEORIE DU SUB-SOLIDUS

POLYGONISATION

Mécanismes et causes de la fissuration à chaud des soudures austénitiques monophasées

Théories de PROKHOROV. MOCHVAN en U.R.S.S. (14)
THIELSCH aux U.S.A. (23)

L'Ecole de PROKHOROV, MOCHVAN et THIELSCH estime que la probabilité de fissuration interdendritique d'une soudure austénitique monophasée est intimement dépendante de la résistance intercrystalline du métal.

Cette résistance est elle-même une fonction des facteurs suivants :

- étendue de l'intervalle de fragilité au voisinage du solidus,
- vitesse de croissance des contraintes en cours de solidification dans l'intervalle de fragilité,
- ductilité de l'alliage dans l'intervalle de fragilité.

Cette Ecole se distingue par le fait qu'elle admet la non-nécessité de l'existence de couches liquides interdendritiques ou interbasaltiques au moment de la rupture.

1,21 - Relation entre la structure de solidification d'une soudure et son aptitude à la fissuration.

Il a été constaté par de nombreux chercheurs que les soudures particulièrement aptes à fissurer à chaud cristallisent en structure austénitique monophasée. On remarque aussi que cette structure austénitique est dirigée, c'est-à-dire qu'elle comporte des basales ou cristaux très allongés à l'intérieur desquels l'orientation cristalline est constante (dendrites parallèles). Les différentes basales sont faiblement orientées les unes par rapport aux autres.

1,22 - Structure et composition des zones interbasaltiques Ségrégation dendritique.

Selon cette Ecole, la grande vitesse de solidification des soudures est telle qu'il n'y a pas diffusion des éléments d'alliage dans la phase solide et que, dans la phase liquide, cette diffusion est limitée. En sorte que la ségrégation est très inférieure à celle qui se produit dans les pièces moulées refroidies lentement. Ainsi, il ne se formerait pas de phase interdendritique en couche mince entre les dendrites et entre les basales.

Des études métallographiques (de BRUK et POPOV) et des clichés de rayons X sembleraient soutenir cette hypothèse selon laquelle une phase ségrégée ne peut se former aux joints entre les basales et les dendrites. Il y aurait simplement des joints épais (3 à 15 μ m de largeur) représentant 20 à 30 % de la surface des dendrites et dans lesquels la composition serait légèrement différente de celle de la matrice, mais toujours une solution solide plus ou moins saturée.

1,23 - Le phénomène de polygonisation des alliages monophasés.

Les alliages austénitiques monophasés (sous forme de pièces moulées ou de soudures) présentent souvent dans leur structure de solidification, des joints très fins qui coupent les joints entre les basales dans des directions arbitraires.

L'amorce des fissures formées à chaud coïnciderait toujours avec ces joints, dans des régions fortement enrichies en soluté.

Quels sont ces joints ? Quel est leur rôle dans la formation des fissures à chaud ?

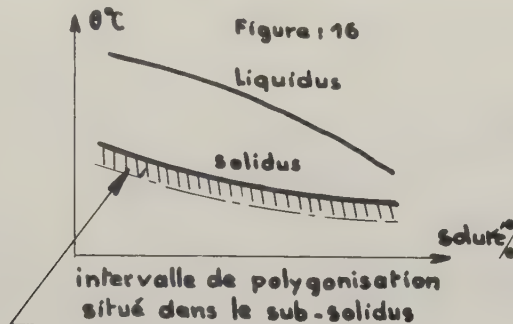
1,231 - Nature des joints polygonisés -

Selon les travaux de MOCHVAN et de son équipe, ces joints se forment immédiatement après solidification. Ils résulteraient de la migration des lacunes et des dislocations, et de leur groupement.

Le phénomène a été appelé "polygonisation" et a été démontré par SEITZ, puis CHALMERS sur des monocristaux.

1,232 - Intervalle de polygonisation -

La polygonisation se ferait dans un intervalle très étroit situé immédiatement sous le solidus (voir figure n° 16). Cet intervalle serait diminué par un accroissement des contraintes développées en cours de solidification.



1,233 - Facteurs influençant le phénomène -

Le phénomène de polygonisation serait accéléré par l'accroissement des contraintes.

Les alliages diphasés ne sont pas susceptibles de polygonisation, si la seconde phase apparaît en cours de solidification (entre liquidus et solidus).

1,234 - Direction des joints polygonisés -

Les joints peuvent se situer :

- le long des basales, dans le fond des soudures,
- dans des directions quelconques par rapport aux joints basaltiques ou dendritiques, dans les parties supérieures, ou de solidification équiaxe des soudures.

1,24 - Le phénomène de capillarité au cours de la solidification -

En cours de solidification de l'alliage, si une fissure se forme et débouche à l'interface solide-liquide, un liquide enrichi en élément soluté peut, par capillarité remplir la fissure.

Le remplissage s'effectue d'autant mieux que les énergies d'activation du solide constituant la paroi de la fissure et du soluté sont différentes.

Ainsi la teneur en soluté du liquide s'infiltrant dans la fissure peut atteindre la teneur eutectique.

Toutes ces constatations et hypothèses constituent une théorie de la fissuration à chaud présentée ci-après.

1,25 - Théorie de MOCHVAN. Amorce et propagation des fissures à chaud dans les soudures de structure monophasée.

1,251 - Le bain de soudure est constitué par un métal surchauffé comprenant de nombreux vides atomiques ou lacunes.

Ces lacunes sont d'autant plus nombreuses que :

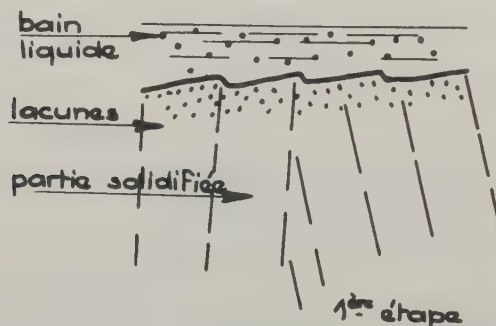
- la température de surchauffe est plus élevée,
- la vitesse de refroidissement est grande.

Cela se comprend. La surchauffe crée l'agitation thermique atomique. Les atomes n'étant plus en état d'équilibre laissent des vides. Au cours du refroidissement rapide, les atomes sont figés sur place et les vides demeurent.

Mais le matériau n'est pas dans son état d'énergie interne le plus faible.

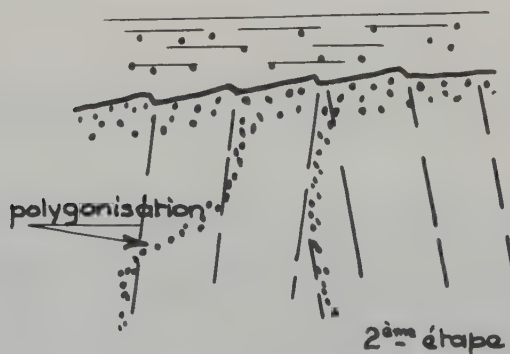
Donc au cours de la solidification, la phase solide située près du front de solidification contient de nombreuses imperfections cristallines (voir figure n° 17).

Figure 17



1,252 - Dans le métal solidifié, la haute température et les contraintes de retrait développées favorisent la migration et le groupement des dislocations et lacunes. Leur groupement constitue la formation de joints polygonisés. (voir figure n° 18)

Figure 18

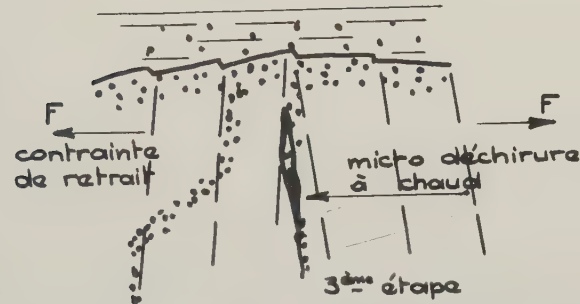


1,253 - Sous l'influence des contraintes de retrait et de la haute température, des micro-déchirures se forment, là où les joints polygonisés rencontrent des zones ségréguées et contaminées par des impuretés, sans forcément être des zones où une nouvelle phase apparaît (voir figure n° 19).

Ces zones contaminées sont :

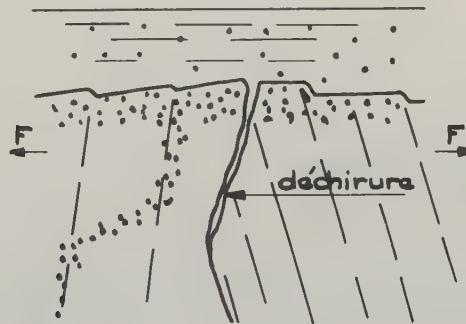
- les joints basaltiques,
- les joints dendritiques.

Figure 19



1,254 - Au cours du refroidissement du métal, les contraintes de retrait se développent. Il y a propagation des microdéchirures vers le front de solidification, et vers le métal solidifié (voir figure n° 20).

Figure 20



1,255 - Par capillarité, certains éléments d'alliage pénètrent dans les fissures ainsi formées et, de manière sélective, favorisent des ségrégations eutectiques (voir figure n° 21).

Au cours de la croissance des basaltes, la fissure se prolonge et se remplit de plus en plus de liquide pouvant constituer au refroidissement une nouvelle phase.

Figure 21



-:-:-

ESSAIS DE FISSURATION

-:-:-

Afin d'évaluer l'influence de quelques additions de silicium sur la sensibilité à la fissuration du métal déposé de soudures de nuance 25 % - 20 % Ni, nous avons effectué des essais systématiques de fissuration.

2,1 -

CHOIX DE L'ESSAI

La littérature indique de nombreux types d'essais dont le principe consiste toujours à imposer au métal en cours de solidification un taux de contrainte important.

Parmi les essais-types, nous pouvons citer :

- . L'essai BROWN-BOVERI,
- . L'essai circulaire "Ring-Test" ou "Circular Groove-Test",
- . Le "Finger-Test",
- . L'essai "Dutilleul",
- . L'essai R D, l'essai C.T.S., etc... etc...

Nous nous sommes essentiellement attachés à choisir un essai sévère, facile à réaliser et donnant une reproductibilité satisfaisante des résultats. Ces raisons nous ont conduit à adopter un essai de recette d'électrodes austénitiques inoxydables au chrome-nickel utilisé par le Commissariat à l'Energie Atomique.

2,2 -

DESCRIPTION DE L'ESSAI

L'essai est défini par la spécification 2 143 CB 0 11/B du C.E.A. Il consiste à réaliser des dépôts de soudure en une passe, dans des rainures effectuées dans une tôle de forte épaisseur.

2,21 - Préparation de l'éprouvette d'essai -

L'éprouvette d'essai est constituée par une plaque de tôle de dimensions 200 x 200 x 45 mm. Afin d'assurer une rigidité suffisante, la tôle doit au moins être de nuance A 56.

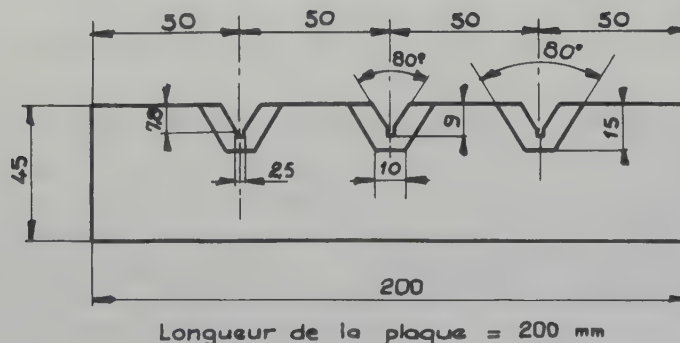
On réalise dans cette plaque trois rainures parallèles, équidistantes, de section trapézoïdale de 15 mm de profondeur, 10 mm de largeur et 80° d'ouverture.

Afin d'éliminer l'influence du métal de base, ces rainures sont rechargées par soudure avec des électrodes du lot à recetter jusqu'à comblement.

Dans les rechargements ainsi exécutés, trois rainures en V, parallèles, équidistantes, de 9 mm de profondeur et 80° d'ouverture sont usinées. Au fond du V est usinée une petite entaille de 2,5 mm de largeur qui a pour objet d'amorcer les fissurations à la racine du cordon de soudure déposé ultérieurement.

La plaque d'essai préparée est présentée figure n° 22.

FIGURE N° 22

ESSAI DE FISSURATION EN RAINURE

2,22 - Préparation des électrodes d'étude -

Toutes les électrodes de 4 mm de diamètre sont étuvée à 300°C pendant 1 heure afin d'éliminer l'humidité des enrobages et d'éviter certains défauts dans les dépôts comme soufflures, œils de poisson... ou une fragilisation due à l'hydrogène adsorbé.

2,23 - Déroulement de l'essai. Mode opératoire -

Dans chaque rainure, sont déposés trois cordons de soudures distants de 30 mm environ qui font l'objet de l'étude.

Chaque cordon a 50 mm de longueur approximative.

Pour une électrode de 4 mm de diamètre, les paramètres de soudage choisis sont :

I = 140 ampères,
U = -25 volts à l'arc ou 52 volts à vide,
V = 25 cm/mn, ce qui représente un temps de soudage de 12 secondes par cordon.

L'énergie de soudage ainsi utilisée est :

$$W = \frac{U \cdot I \cdot t}{I} = \frac{25 \times 140 \times 12}{5} = 8,4 \text{ kJ/cm.}$$

Il faut veiller à ce que ces paramètres soient respectés pour tous les essais. Avec un peu d'habitude, un bon soudeur reproduit le temps :

$t = 12 \text{ s}$ à $\pm 0,5 \text{ s}$ près.

On peut ainsi admettre constants, pour tous les essais, le gradient thermique et la rigidité de la plaque d'essai.

Entre chaque cordon, un temps de pose est observé, de manière à ce que la plaque d'essai reprenne la température ambiante.

2,24 - Observations. Mesures effectuées.

En cours de soudure, un observateur regardant avec un masque en arrière du bain de soudure peut estimer la température à laquelle la fissuration se produit. Cette méthode est très imprécise et subjective. Elle permet cependant d'apprécier :

- si la fissure débouche dans la croûte de laitier, alors que celle-ci est à haute température (rouge cerise). Auquel cas le métal déposé est fissuré bien avant cette apparition en surface, ce qui permet d'affirmer que l'on a bien une fissuration à chaud ($\theta > 900^\circ\text{C}$).

- si la fissure débouche dans la croûte de laitier, alors que celle-ci est à plus basse température (rouge sombre). Auquel cas la fissuration a lieu à froid ($\theta < 900^\circ\text{C}$).

On pourrait entendre parfois le tintement sonore distinctif d'une rupture à froid.

Evidemment, la fissuration peut s'amorcer à haute température et se poursuivre à froid par effet d'entaille.

Après refroidissement complet de l'éprouvette, les cordons sont débarrassés de leur laitier et correctement brossés. Les fissures sont visibles à l'oeil nu. Cependant, pour apprécier leurs extrémités, il est procédé à un examen par ressuage ou toute autre méthode au moins aussi sensible.

Les fissures sont généralement du type fissure longitudinale axiale ou en forme de courbes normales aux isothermes de refroidissement.

Les longueurs des fissures sont mesurées et rapportées à la longueur totale des cordons.

2,25 - Indice de fissilité

Soient $L_1, L_2 \dots L_6$ les longueurs des six cordons déposés,

$l_1, l_2 \dots l_6$ les longueurs totales des fissures mesurées sur chaque cordon.

L'indice de fissuration F est donné par la relation

$$F = \frac{l_1 + l_2 \dots + l_6}{L_1 + L_2 \dots + L_6} \times 100$$

$$\text{ou } F = \frac{\sum_{i=1}^6 l_i}{\sum_{i=1}^6 L_i} \times 100$$

2,3 -

CONTRE - ESSAIS

La validité des résultats étant statistique, il est nécessaire d'exécuter 3 ou 4 plaques d'essai C.E.A. de fissuration, c'est-à-dire 18 à 24 cordons-tests pour obtenir une valeur moyenne de l'indice F et la fourchette des écarts à la valeur moyenne.

2,4 -

NUANCES DES METAUX DEPOSES ETUDIES

Notre étude s'est limitée à quelques nuances de métaux déposés

- les métaux déposés austénitiques au chrome-nickel de nuance 25 % Cr - 20 % Ni (Z 10 CN 25-20)
- un métal déposé austénoferritique au chrome-nickel de nuance 20 % Cr - 10 % Ni - 3 % Mo (Z 10 CND 20-10)

2,41 - Nuance Z 10 CN 25-20.

Plusieurs raisons sont à l'origine de ce choix :

- Parmi les alliages austénitiques réfractaires, le 25-20 ou Z 10 CN 25-20 est le plus répandu.
- Il est peu employé, parce que depuis fort longtemps, les industriels se sont heurtés au phénomène de fissuration.
- Parmi les alliages austénitiques courants, il est un des plus sensibles au phénomène de fissuration. Il y est, en effet, plus sujet que les Z 10 CN 18-8 ou Z 10 CN 18-10.
- Il est le moins coûteux des alliages sensibles à la fissuration. Cet argument est important, en effet, nous devons remercier quelques industriels de la soudure d'avoir bien voulu apporter leur contribution en mettant en fabrication des électrodes spéciales pour cette étude.

Bien sûr, les alliages 35 Ni - 15 Cr ou 80 Ni - 20 Cr sont plus sujets à la fissuration que le 25-20, mais il aurait été très difficile de trouver des fils de ces nuances pour enrober des électrodes.

Ainsi l'étude de la susceptibilité à la fissuration du métal déposé de nuance 25 % Cr - 20 % Ni a été choisie afin de déceler et d'évaluer l'influence de teneurs croissantes en silicium.

2,42 - Nuance Z 10 CND 20-10-

A titre de comparaison, un essai a été entrepris sur cette nuance réputée non fissile qui a permis de vérifier que l'essai du Commissariat à l'Energie Atomique adopté n'était pas trop sévère.

Si, en effet, l'essai de fissuration sur le métal déposé Z 10 CHD 20-10 avait présenté des cordons fortement fissurés, il n'aurait pas été possible de tirer de conclusions des autres essais.

2,5 - RESULTATS DES ESSAIS DE FISSURATION SUR METAL DEPOSE

Z 10 CN 25-20 A TENEUR VARIABLE EN SILICIUM

2,51 - Electrodes-

Des électrodes de recherche de 4 mm de diamètre ont été spécialement fabriquées afin d'étudier l'influence de la teneur en silicium sur la sensibilité à la fissuration à chaud de l'acier austénitique Z 10 CN 25-20.

Toutes les électrodes ont été fabriquées à partir d'un même lot de fil à très faible teneur en silicium. Afin d'obtenir les diverses nuances étudiées, l'introduction du silicium dans l'électrode a été faite par l'enrobage dont les teneurs en ferro-silicium étaient croissantes. Pour tous les lots, les ingrédients de l'enrobage étaient identiques, et les opérations de préparation de la pâte, les mêmes.

Suite à l'étude de QUINTON-POUSSARDIN et CASTRO concernant l'influence de la teneur en oxygène sur la ductilité de l'acier Z 18 CN 18 12 (15), et aux prescriptions de LINNERT-BLOOM et CARPENTER (16-17), la teneur en éléments désoxydants de l'enrobage a été maintenue constante d'une nuance à l'autre.

C'est ainsi que la teneur en ferro-titane a été maintenue basse, soit approximativement 3 % de ferro-titane à 40 % de titane dans l'enrobage.

Les enrobages étaient de formule basique. Il a, en effet, été démontré par des études américaines que les enrobages acides donnaient un dépôt plus sensible à la fissuration à chaud que les enrobages basiques (16).

2,52 - Analyse des aciers déposés par soudure-

Nous avons étudié cinq compositions chimiques de métal déposé, le seul élément pratiquement variable étant la teneur en silicium du dépôt.

Le tableau n° 1 indique les analyses chimiques des aciers étudiés et les indices de fissilité obtenus sur chaque plaque d'essai.

Les éléments nocifs autres que le silicium facilitant la fissuration à chaud : soufre et phosphore, ont été maintenus aussi bas que possible. Pratiquement, les teneurs obtenues sont celles existant dans le fil d'acier Z 10 CN 25-20 livré par les aciéries pour réaliser l'âme des électrodes.

Le manganèse, élément réputé antifissurant, a été maintenu aux environs de 1,5 % ; cette teneur est, en effet, voisine de celles couramment retenues par les fabricants d'électrodes de soudure.

2,53 - Indices de fissilité ou de fissuration-

Le tableau n° 1 donne les résultats obtenus sur une moyenne de 4 plaques d'essai par nuance étudiée, ce qui représente approximativement 24 cordons d'essai par nuance, mis en courbes figure 23.

On remarquera sur le tableau n° 1 une certaine dispersion dans les valeurs obtenues pour l'indice F. Nous pensons qu'elle est due à l'influence du beurrage préalable des rainures de section trapézoïdale.

TABLEAU n°1

LOT	Cr%	Ni%	S%	P%	Si%	C%	Mn%	Créq.	Ni. éq.	indice F
1	26,60	20,00	0,011	0,028	0,08	0,070	1,55	26,72	22,87	35.24.19.18.22
2	25,80	19,60	0,007	0,027	0,15	0,083	1,56	26,02	22,87	43.63.18.29,6
3	25,20	19,05	0,008	0,023	0,58	0,090	1,58	26,07	22,54	59.67.23.22
4	23,45	19,63	0,008	0,019	1,21	0,085	1,60	25,32	22,98	91.40.96.37
5	24,45	18,89	0,009	0,029	2,35	0,094	1,67	28	22,54	98.94,5.96,5

En effet, à propos de la définition de l'essai, nous avons préconisé de remplir les rainures avec une électrode identique à celle étudiée. Cependant, pour économiser les électrodes spéciales de recherche, nous avons préféré beurrer les plaques d'essai avec des électrodes de nuance 25 % Cr - 20 % Ni du commerce. Les essais nécessitant une grande consommation d'électrodes, il n'a pas été possible d'effectuer tous les rechargements avec des électrodes de même nature.

Ces changements d'électrode affectent les résultats obtenus et accroissent la dispersion.

Le tableau n° 2 indique la nature des aciers de base ou beurrages utilisés par leur analyse chimique moyenne et cela, pour chaque plaque d'essai C.E.A.

Tableau n°2

Lot n°	Si% en masse	F% moyen	électrode de beurrage	Analyse chimique du beurrage						
				Cr%	Ni%	Si%	C%	Mn%	Mo%	Si/C
1	0,08%	35	REF. A	25	20	1,00	0,09	2	0	11
		24	310-15	25	21	0,30	0,07	2	0	4,3
		19	13-368	26	19	0,42	0,08	1,9	0	5
		18	13-368	"	"	"	"	"	"	"
		22	13-368	"	"	"	"	"	"	"
2	0,15%	43	REF. A	25	20	1,00	0,09	2	0	11
		53	REF. A	"	"	"	"	"	"	"
		18	RCND-25-20	26	21	0,60	0,12	1,7	2,5	5
		29	RCND-25-20	"	"	"	"	"	"	"
3	0,58%	59	REF. A	25	20	1,00	0,09	2	0	11
		67	REF. A	"	"	"	"	"	"	"
		24	13-368	26	19	0,42	0,08	1,9	0	5
		22	RCND 25-20	26	21	0,60	0,12	1,7	2,5	5
4	1,21%	91	REF. A	25	20	1,00	0,09	2	0	11
		40	RCND-25-20	26	21	0,60	0,12	1,7	2,5	5
		37	Z 52	26	19	0,70	0,28	1,7	0,04	2,5
		96	Z 52	"	"	"	"	"	"	"
5	2,35%	98	REF. A	25	20	1,00	0,09	2	0	11
		95	Z 52	26	19	0,70	0,28	1,7	0,04	2,5
		96	Z 52	"	"	"	"	"	"	"

On peut sur ce tableau n° 2 distinguer deux types de beurrages :

- ceux présentant un rapport $\frac{Si}{C}$ élevé, voisin de 11, tous exécutés avec la même nuance d'électrodes,
- ceux présentant un rapport $\frac{Si}{C}$ de l'ordre de 2,5 à 5, exécutés avec quatre nuances d'électrodes.

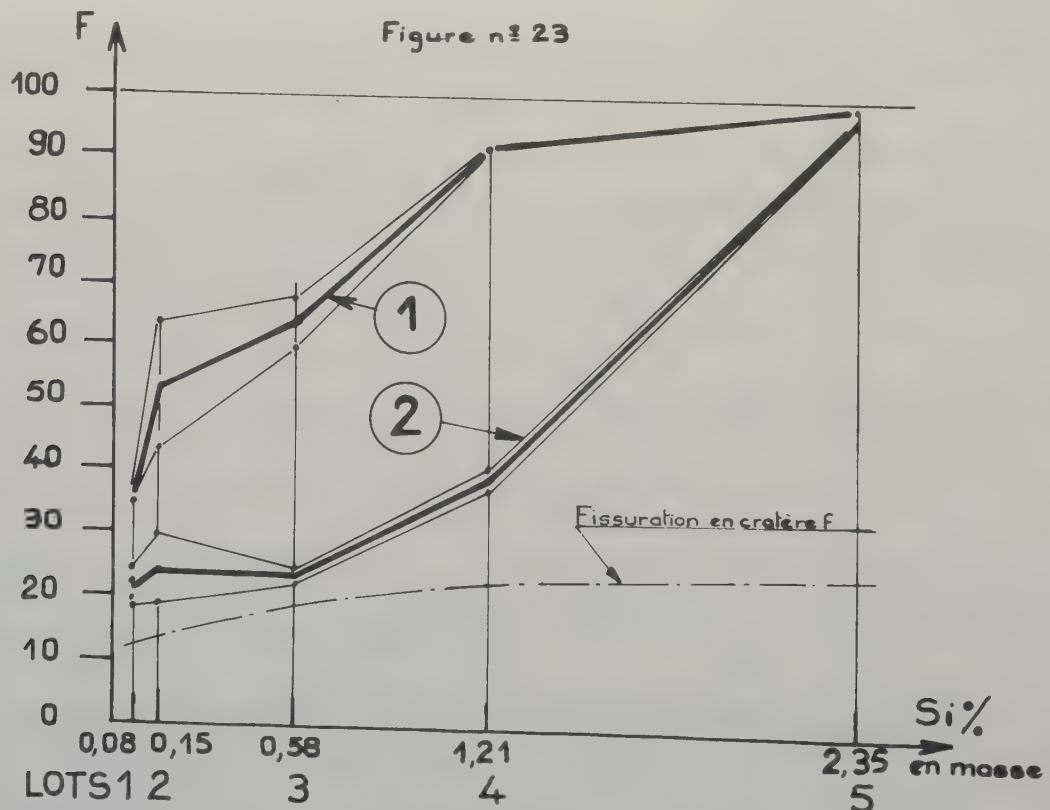
Ces résultats ont été groupés à la figure n° 23 sur laquelle :

- la courbe n° 1 est relative aux résultats obtenus sur l'acier de base contenant 1 % de silicium et pour lequel le rapport $\frac{Si}{C} = 11$,
- la courbe n° 2 est relative aux résultats obtenus sur des aciers de base de compositions chimiques voisines, contenant 0,30 à 0,70 % de silicium et pour lesquels le rapport $\frac{Si}{C}$ varie de 2,5 à 5.

Les valeurs de l'indice de fissuration F obtenues avec le beurrage ayant le rapport $\frac{Si}{C} = 11$, donc riche en silicium, sont en général supérieures à celles obtenues avec $\frac{Si}{C}$ des beurrages moins riches en silicium et correspondant à des rapports $\frac{Si}{C}$ de 2,5 à 5.

Pour les très fortes teneurs en silicium ($Si = 2,35 \%$) des aciers étudiés, l'influence de la dilution du métal de base est négligeable, les deux courbes 1 et 2 se rejoignent.

Pour des teneurs moins élevées, nous pouvons admettre la dilution du beurrage comme responsable des écarts obtenus.



La figure n° 23 indique les variations de l'indice de fissuration en cratère qui est défini par la relation :

$$f = \frac{\sum_{i=1}^n l'_i}{\sum_{i=1}^n L_i} \times 100$$

dans laquelle :

l'_i est la longueur de fissures de cratères d'un cordon,

L_i est la longueur totale du cordon déposé.

L'indice de fissuration en cratère croît légèrement avec la teneur en silicium du dépôt. Sa variation a même allure que celle de l'indice F. On peut admettre une valeur constante moyenne $f = 20$.

2,54 - Conclusions -

L'indice de fissuration F est d'autant plus grand que la teneur en silicium de l'acier déposé est élevée.

L'essai adopté étant particulièrement sévère (fort bridage, effet d'amorce et d'entaille), il semble que l'on puisse accepter industriellement une teneur de 0,30 % de silicium ; les teneurs des autres éléments étant celles indiquées au tableau n° 1.

2,55 - Discussion -

2,551 - Aspect des fissures -

La tendance du métal déposé austénitique à fortes teneurs en chrome et nickel, à se solidifier sous forme de longues basattes orientées est bien connue. Un exemple typique de l'orientation de ces grains est présenté sur la macrographie de la figure n° 24 au grossissement $g = 12$.

Cette macrographie est une section transversale d'un cordon de soudure étudié. Nous remarquons que l'axe longitudinal des grains est approximativement perpendiculaire aux isothermes de refroidissement et parallèle à la direction principale d'évacuation des calories.

Examinons le cas de solidification d'une soudure austénitique 25-20 dans un joint en V (voir figure n° 25)

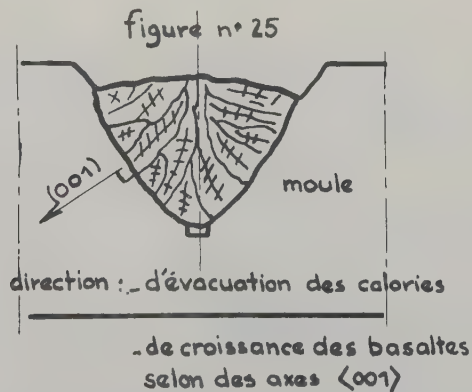
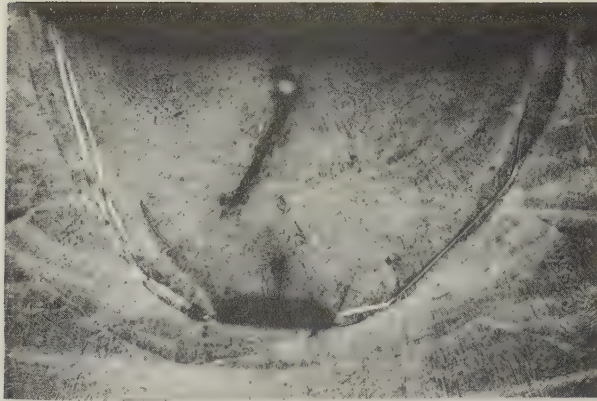


Figure n°24 g=12



Selon CHALMERS (18), la température du moule est très inférieure au point de fusion du métal. Le métal en contact avec le chanfrein est très rapidement refroidi au-dessous de la température du liquidus.

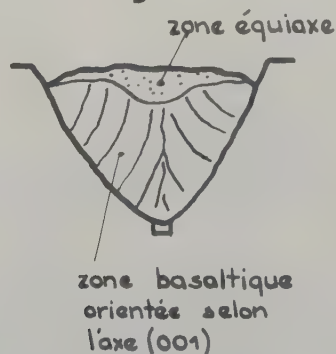
La surfusion est suffisante pour faire germer un grand nombre de cristaux sur les parois du chanfrein et pour que ces cristaux grandissent dans le liquide environnant sous forme de dendrites.

Au fur et à mesure que la chaleur est évacuée, le squelette dendritique se garnit d'une masse solide et continue de cristaux qui grandissent avec la même orientation que la dendrite la plus proche.

Le remplissage des espaces interdendritiques fait apparaître une surfusion structurale. Les cristaux continuent de croître sous forme de dendrites. Plus l'axe dendritique est perpendiculaire aux parois du chanfrein et aux isothermes, plus la surfusion nécessaire à la croissance du cristal est faible. Les dendrites dont l'axe de croissance est perpendiculaire aux isothermes (parois du chanfrein) grossissent aux dépens des autres de sorte que rapidement, seuls ces cristaux croissent et ont une section à peu près constante. Ce qui constitue la zone basaltique.

En fin de solidification, lorsque la surfusion structurale atteint une certaine valeur, de nouveaux cristaux germent dans le solide restant, et croissent par formation d'une interface continue. Ces cristaux orientés au hasard constituent la zone équiaxe de la soudure située en peau (voir figure n° 26).

Figure n°26



L'axe d'une dendrite est parallèle à une direction cristallographique bien définie. Direction (001) dans le cas du système C.f.c. de l'austenite.

Un examen attentif des fissures sur une section transversale montre qu'elles s'étendent le long des joints de grains ou basaltés, donc perpendiculairement aux isothermes (voir macrographie figure n° 24).

Figure n°27

Aspect des fissures Photo n°1 g=1

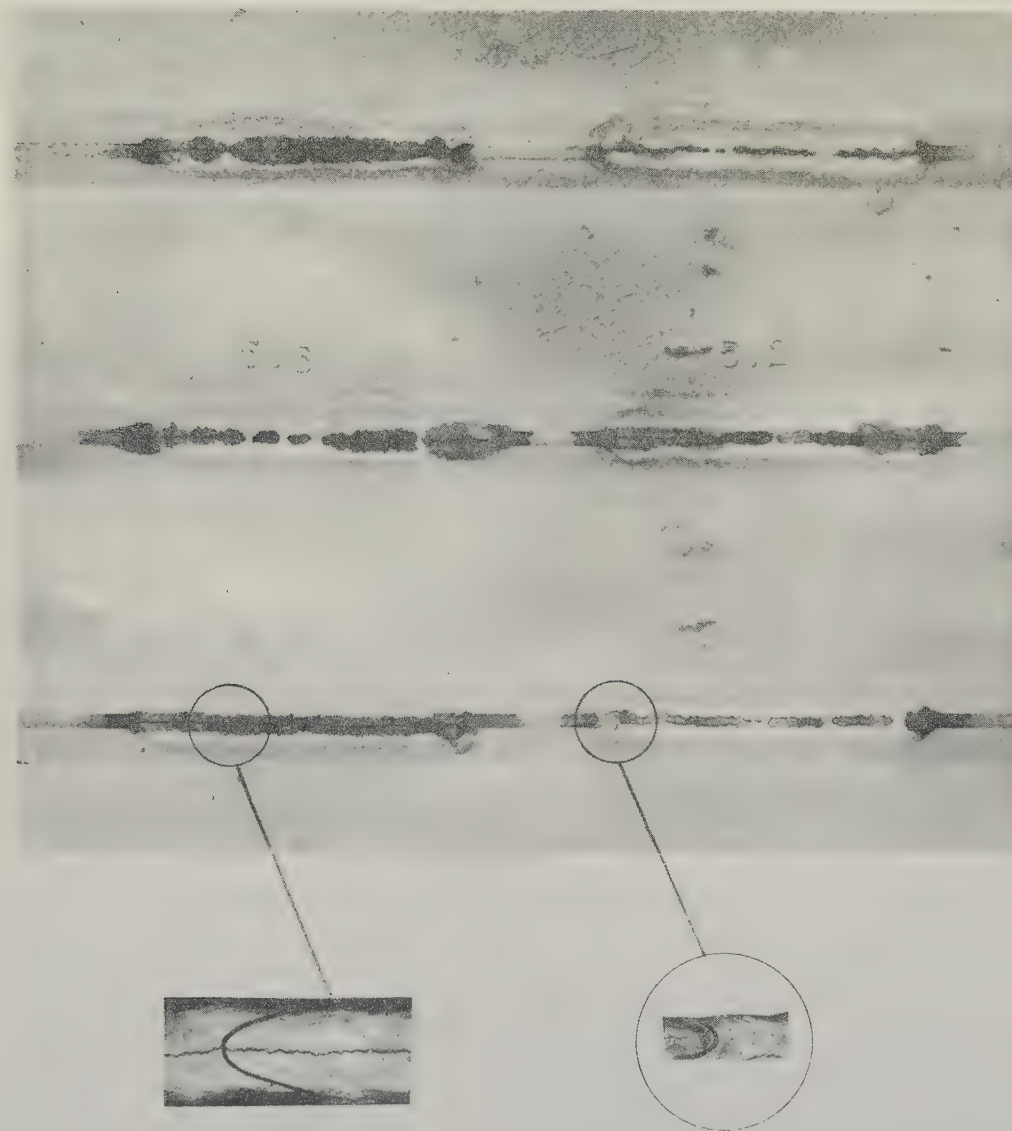


Photo n°2 g=2

Photo n°3 g=3

Les fissures sont perpendiculaires aux isothermes

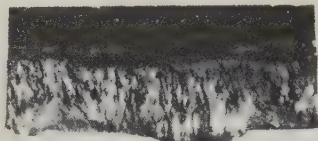
Les photographies n° 1-2-3 de la figure n° 27 représentent une vue de dessus des cordons de soudure fissurés. Ces photographies montrent que les fissures ont une direction perpendiculaire aux isothermes et parallèle à l'axe longitudinal des basaltes.

En combinant les deux types de photographies, GAYLEY (19) admet que les grains sont aplatis et lamellaires. Les lamelles sont orientées presque à angle droit par rapport aux isothermes et les fissures se produisent le long de ces lamelles en cours de solidification ou immédiatement après solidification.

A cause des concentrations de contraintes provoquées par la rainure située à la racine du cordon de soudure, la fissuration se fait essentiellement dans un plan longitudinal axial du cordon, le long des basaltés, dans leur zone de dernière solidification (voir photographies n° 1-2-3 de la figure n° 27).

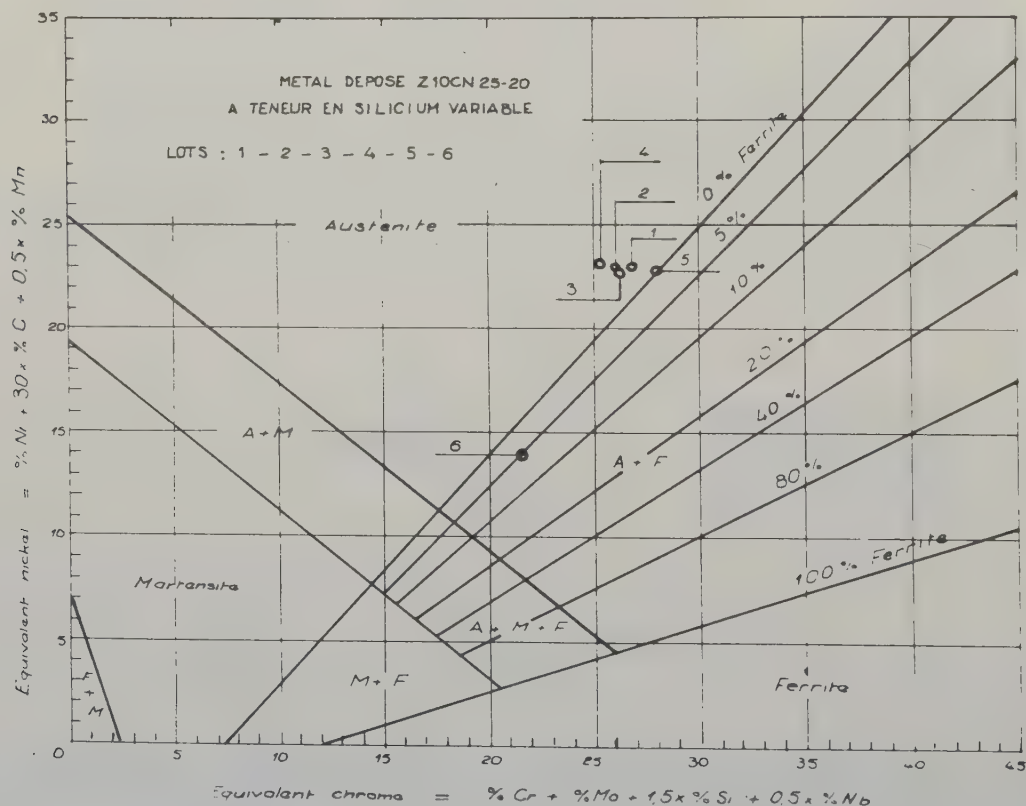
Un examen des cassures indique la nature fibreuse de leur surface. Le métal semble être clivé le long des joints de basaltés lamellaires, la photographie de la figure n° 28 présente l'aspect fibreux des cassures.

Figure n° 28 $g=2.5$



2,552 - Relation avec le diagramme de SCHAEFFLER

Nous avons indiqué sur le diagramme de SCHAEFFLER de la figure n° 29 les points représentatifs des compositions chimiques des aciers étudiés. Les teneurs en chrome équivalent et nickel équivalent retenues sont celles indiquées par SCHAEFFLER, parce qu'elles sont issues d'études exécutées sur des soudures.



Nous avons admis : -31-

Cr équivalent = % Cr + % Mo + 1,5 % Si + 0,5 % Nb + 10 % B
Ni équivalent = % Ni + 30 % C + 0,5 % Mn + 30 % N

Les valeurs obtenues sont indiquées au tableau n° 1.

Les points représentatifs des compositions étudiées sont tous situés dans le domaine de l'austenite (voir figure n° 29).

Il est donc peu probable que la structure comporte de la ferrite, ce qui sera confirmé ultérieurement par les méthodes d'analyse.

Mis à part le lot 5 dont le point représentatif est situé à la frontière des domaines de la ferrite et de l'austenite, nous remarquons que les indices de fissilité F sont d'autant plus élevés que les points représentatifs sont situés sur le diagramme de SCHAEFFLER dans le domaine austenitique de la droite vers la gauche.

Ces résultats sont en accord avec la littérature (7). PELLINI indique dans une étude de la fissuration à chaud de l'acier 347 et 304(x) que la soudure doit contenir d'autant plus de ferrite que le métal de base est plus austenitique, afin d'éviter la fissuration. Ce qui signifie que, compte tenu de la dilution, l'acier est d'autant plus sensible à la fissuration qu'il est plus austenitique.

2,553 - Relation avec le diagramme ternaire Fe-Cr-Ni.

Nous avons représenté sur le diagramme ternaire du système Fer-Chrome-Nickel contenant 0,10 % C obtenu par refroidissement rapide à partir des températures maximales du domaine γ les points significatifs des compositions chimiques des aciers étudiés.

Une représentation semblable a été faite sur le diagramme ternaire Fe-Cr-Ni des phases existant juste au-dessous du solidus.

Pour placer les points, nous avons admis :

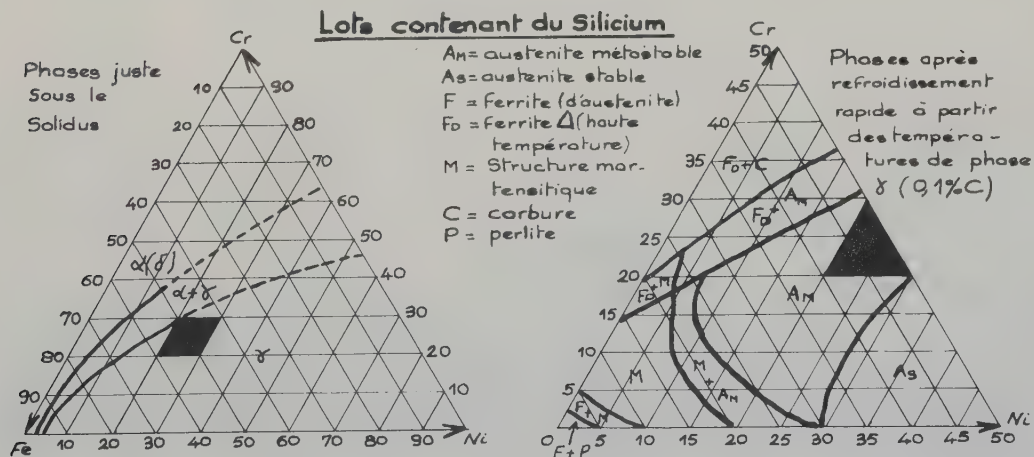
Cr % = Cr équivalent
Ni % = Ni équivalent
Fe % = complément à 100 %

Sur la figure n° 30 les points représentatifs situés dans les triangles hachurés sont tous dans le domaine de l'austenite.

Figure : n°30

DIAGRAMME TERNAIRE FER-CHROME-NICKEL

d'après: American Society of Metals



(x) Normes A S T M

304 = Z 10 CN 1808
347 = Z 10 CN Nb 1808

Normes AFNOR

2,554 - Relation avec la résistance à la rupture

CAMPBELL et THOMAS (20), en étudiant il y a une vingtaine d'années l'effet des éléments d'addition sur les caractéristiques de résistance à la traction de l'acier Z 10 CN 25-20 déposé par soudure ont déduit de leurs travaux que la teneur en silicium devait être maintenue inférieure à 0,40 %, lorsque la teneur en phosphore était approximativement de 0,024 %.

Nous pouvons comparer leurs résultats à ceux que nous obtenons, les teneurs en phosphore de 0,020 % étant du même ordre dans les deux cas. Il faut cependant signaler que les électrodes utilisées par CAMPBELL et THOMAS avaient un enrobage rutile.

La comparaison des caractéristiques de fissilité F et de résistance à la rupture R est présentée à la figure n° 31.

Nous avons admis précédemment qu'il fallait maintenir la teneur en silicium inférieure à 0,30 % de manière à limiter la fissuration à 40 % en moyenne dans l'essai C.E.A., ce qui, étant donnée la sévérité de l'essai, correspond probablement à une très faible fissuration dans les applications pratiques.

En reportant la teneur de 0,30 % de silicium sur les courbes de résistance obtenues par CAMPBELL et THOMAS en fonction, soit de la teneur en silicium, soit de la teneur en phosphore équivalent, nous remarquons que cette teneur est la limite supérieure admissible. Au-delà de 0,30 % de Si, la résistance à la rupture R baisse rapidement. La baisse importante de résistance à la rupture obtenue par CAMPBELL et THOMAS pour des teneurs de silicium du dépôt supérieures à 0,30 % était probablement due à un accroissement important des fissures multipasses interdendritiques internes de l'acier déposé par soudure.

NOTA : La formule empirique :

Phosphore équivalent = $P \% + 0,04 (Si \% - 0,25)$
retenue par CAMPBELL et THOMAS comporte une constante 0,25. Cette constante signifie que, pour des raisons de maniabilité de l'électrode et de fusibilité de l'enrobage, il n'est pas souhaitable de choisir une teneur en silicium inférieure à 0,25 %. La pratique des essais a confirmé cette valeur.

2,6 - RESULTATS DES ESSAIS DE FISSURATION SUR METAL DEPOSE

Z 10 CND 20-10

2,61 - Electrodes -

Un essai de fissuration a été exécuté avec des électrodes basiques de 4 mm de diamètre déposant un acier de nuance Z 10 CND 20-10. Ces électrodes constituent le lot n° 6.

2,62 - Analyse du métal déposé -

Le tableau n° 3 présente les résultats des analyses chimiques et la valeur de l'indice F, résultats obtenus sur une plaque d'essai, soit 6 cordons d'essai.

L'indice de fissuration F est nul, il n'y a pas de fissuration en cratère.

TABLEAU N°3

LOT	Cr%	Ni%	S%	P%	Si%	C%	Mn%	Mo%	Cr éq.	Ni éq.	F
6	18,24	10,2	0,020	0,030	0,81	0,09	1,61	2,45	21,9	13,7	0

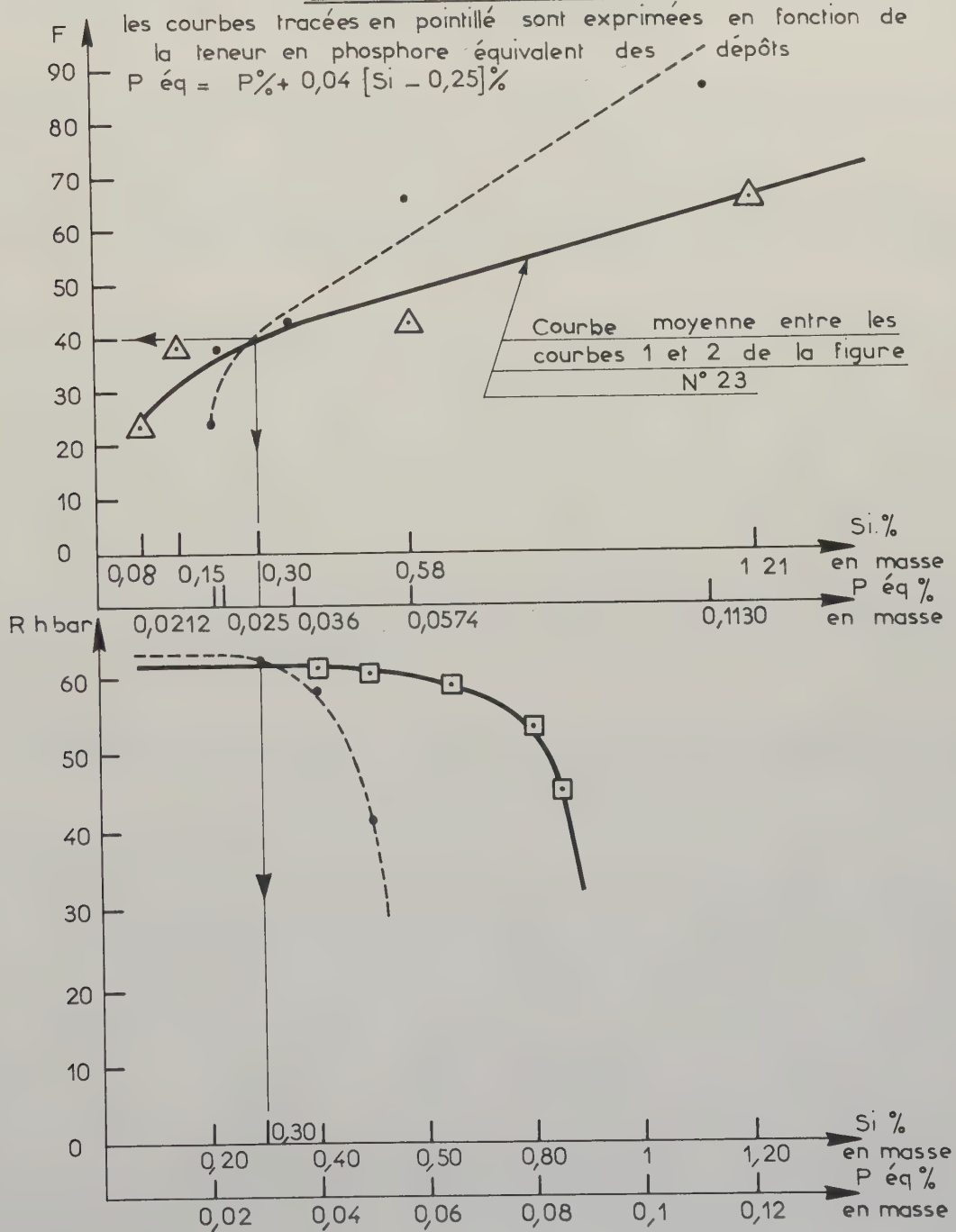
2,63 - Discussion

Figure n° 29, nous avons indiqué sur le diagramme de SCHAEFFLER le point représentatif du lot n° 6. Le diagramme de SCHAEFFLER indique que la structure contient de 5 à 7 % de ferrite. Nous avons donc bien une structure austénoferritique réputée non sensible au phénomène de fissuration à chaud ou en cours de solidification, comme l'ont montré certains auteurs (7).

Avoir obtenu un indice $F = 0$ signifie que l'essai de fissuration du Cormisariat à l'Energie Atomique choisi pour cette étude n'est pas trop sévère. Les résultats obtenus avec les métaux déposés de nuance 25 % Cr - 20 % Ni sont donc significatifs.

Figure N° 31

**COMPARAISON ENTRE L'INDICE DE FISSILITE F
ET LA RÉSISTANCE À LA RUPTURE
DE L'ACIER Z 10 CN 25 20**



-:-:-

ESSAIS DE TRACTION RAPIDE A CHAUD

-:-:-

3,1 -

GENERALITES

Les essais de fissuration nous ont montré que les nuances d'acier 25-20 déposé par soudure, sensibles au phénomène de fissuration, présentaient des surfaces de cassures gris bleuté (couleur des oxydes formés à haute température) et d'aspect fibreux ou ligneux.

Cet aspect laisse penser, comme l'indique WILLIAMS (25) que la fissuration de la zone fondue se produit à haute température au cours du refroidissement du métal déposé.

Dans le but de déterminer les causes de la fissuration qui, pense-t-on, se produit comme dans les pièces moulées (6) au voisinage du solidus, il est nécessaire de déterminer les propriétés du métal déposé aux hautes températures.

Il est raisonnable d'utiliser un essai de traction à chaud comme l'ont déjà fait certains chercheurs américains (26-27-28-29-30) et français (15). D'après ces auteurs (27), la résistance à la fissuration d'une soudure serait mieux représentée par la ductilité que par la résistance du matériau.

Tenant compte des recherches précédentes et de leurs conclusions, l'étude décrite ci-dessous a été conduite en utilisant l'essai de traction à chaud et en mesurant la ductilité de l'acier déposé. La ductilité est représentée par la variation de striction d'éprouvettes extraites dans des dépôts.

Pour obtenir des conditions de solidification et de refroidissement d'une soudure, il est souhaitable de partir de l'état liquide. Les mesures sont faites au cours du refroidissement. La vitesse de refroidissement dans la plage proche du solidus doit être très grande, afin de respecter le gradient thermique imposé à un cordon de soudure en cours de refroidissement.

L'idéal est de maintenir l'éprouvette légèrement en fusion et d'exécuter les essais en cours de refroidissement à partir de cet état. Dans le but d'obtenir un refroidissement rapide, les éprouvettes de traction à chaud doivent être soumises à un cycle thermique rapide et le volume de métal intéressé par ce cycle doit être le plus petit possible.

Toutes ces conditions ont été réalisées dans une machine que nous avons construite pour mesurer la ductilité d'un cordon de soudure simulé par l'éprouvette.

3,2 -

OBJET DES ESSAIS

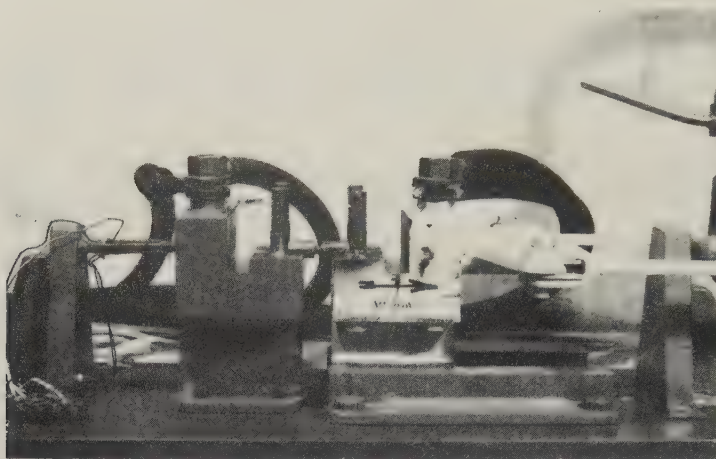
Les essais ont pour objet :

- . d'étudier l'effet d'un cycle température-temps rapide, analogue à celui s'établissant dans une soudure en cours de solidification et refroidissement, sur de petites éprouvettes d'acier déposé par soudure,
- . d'essayer de déterminer le mécanisme responsable de la fissuration à chaud de ces soudures.

DESCRIPTION DE L'INSTALLATION

La photographie de la figure n° 32 représente la machine.

figure n° 32



Le schéma de principe de l'installation est indiqué à la figure n° 33.

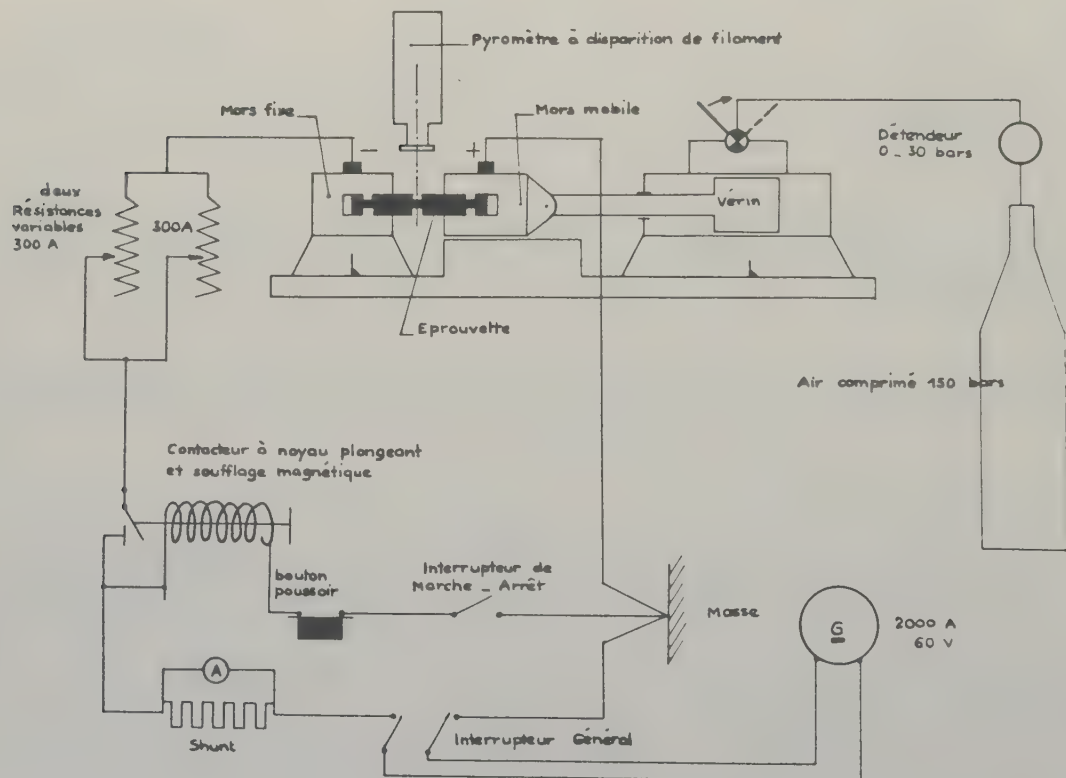


figure n°33

L'appareil a été conçu de façon telle que la ductilité des différents aciers déposés soit mesurée dans un intervalle de température compris entre 900°C et la température du liquidus.

De l'air comprimé à 150 bars et détendu à 30 bars actionne un vérin pneumatique. Au piston de ce vérin est relié un mors mobile. L'éprouvette d'essai, prise entre le mors fixe et le mors mobile, comme l'indique la figure n° 32, est chauffée par effet Joule.

Le vérin peut exercer une force de 2 000 daN et possède une vitesse de déplacement de 125 mm/s.

Un groupe de soudure de 2 000 A en continu est utilisé comme source de courant de chauffage. Un jeu de résistances limite la puissance utilisée à 600 A sous 60 V, soit approximativement 36 kW.

Un contacteur à noyau plongeant et soufflage magnétique, actionné par un bouton poussoir de marche-arrêt, permet à volonté d'établir ou de couper le courant continu passant dans l'éprouvette.

La température de l'éprouvette est mesurée au moyen d'un pyromètre à disparition de filament, la visée se faisant juste au centre de l'éprouvette. Cette méthode préconisée par MM. CASTRO-QUINTON et POUSSARDIN (15), présente sur l'utilisation d'un thermocouple l'avantage de conserver intacte la surface et la section de l'éprouvette.

3,4 -

PREPARATION DES EPROUVETTES

L'éprouvette utilisée est présentée à la figure n° 34 et à la figure n° 35. Le choix d'un tel dessin provient d'une étude (15) de M. CASTRO. L'éprouvette est petite par économie d'acier. Elle comporte une partie élégie, très courte et de faible diamètre, pour :

- . s'assurer qu'un faible volume de métal est intéressé par le chauffage. La montée en température est ainsi rapide et le refroidissement le plus intense se fait dans le sens longitudinal de l'éprouvette.
- . obtenir dans la zone chauffée un état de contrainte triaxial au cours de la traction de l'éprouvette. Le métal étudié se rapproche ainsi, plus de l'état triple de contraintes qui existe dans le métal déposé d'une soudure en cours de solidification.
- . obtenir une plus grande reproductibilité des résultats. En effet, le gradient thermique longitudinal est très important et la partie brillante de l'éprouvette est très localisée, ce qui facilite la visée avec le pyromètre optique à disparition de filament. Les erreurs de mesure de température sont ainsi diminuées.

Les éprouvettes ont été extraites par usinage dans un dépôt de soudure multipasses, exécuté sur le can d'une tôle d'acier de 16 mm d'épaisseur, comme l'indique la figure n° 35.

Figure n° 34



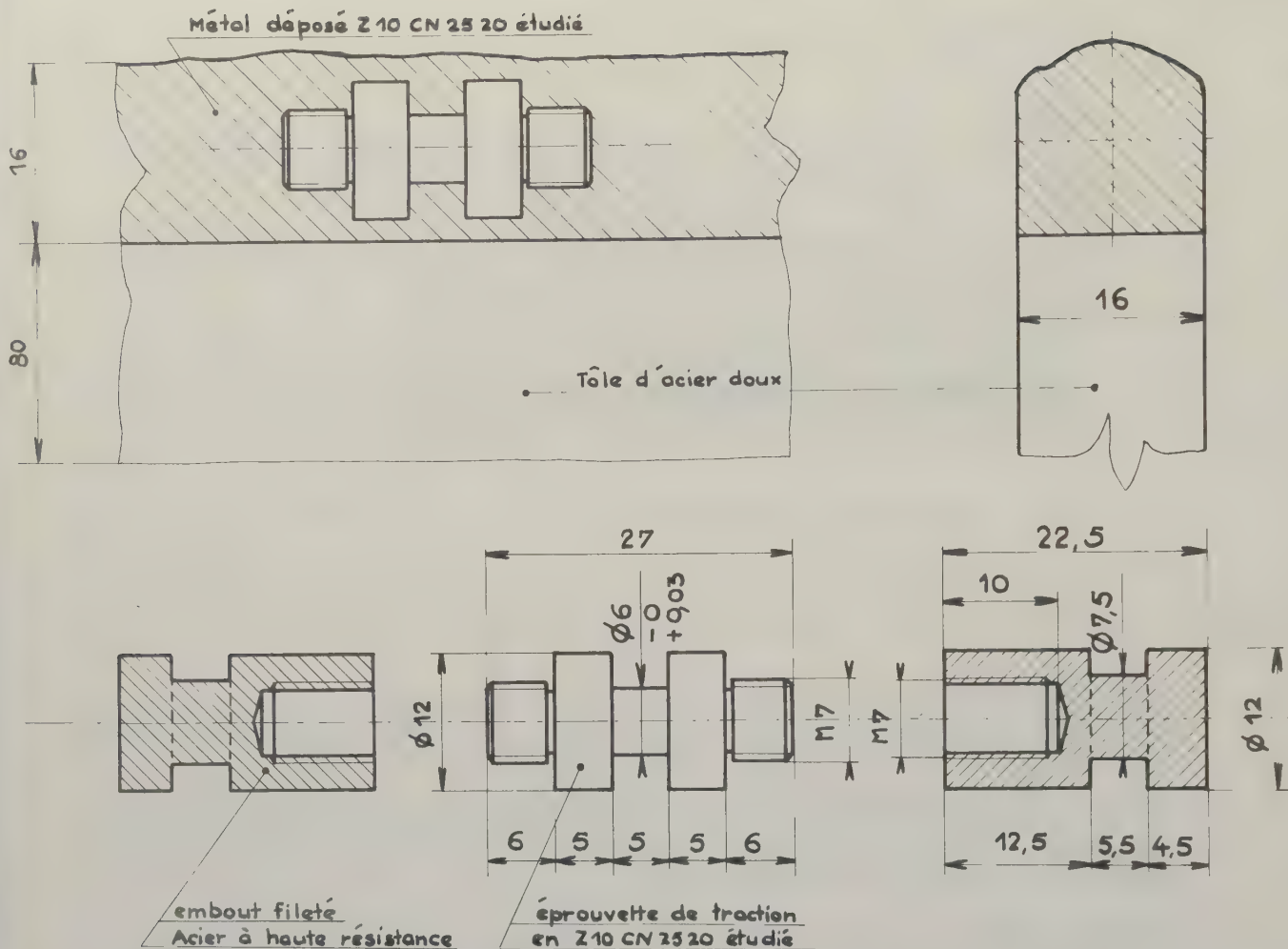


Figure n°35

SCHEMA DES EPROUVETTES DE TRACTION A CHAUD

3,5 -

CONDITIONS D'ESSAI - CYCLE THERMIQUE

Deux types d'essais ont été exécutés :

3,51 - Essais dits à "température montante"

L'éprouvette est chauffée rapidement à la température choisie, puis instantanément tirée. Le cycle thermique imposé correspond à la partie OA de la courbe température-temps présentée à la figure n° 36.

Les éprouvettes essayées à température montante sont rompues à des températures déterminées, de 50°C en 50°C, par exemple, dans un intervalle allant de 900°C à la température de fusion. Pour chaque température, trois à quatre éprouvettes sont utilisées.

3,52 - Essais dits à "température descendante"

L'éprouvette est chauffée, puis refroidie suivant le cycle thermique indiqué à la figure n° 36 (partie AB). Les éprouvettes essayées à température descendante sont rompues en cours de refroidissement à partir d'une température voisine de la fusion. La température maximale admissible est déterminée au cours des essais à température montante de façon à éviter la fusion et l'écoulement de l'éprouvette.

Dans bien des cas, cette température est évaluée à 1 400°C, le temps de chauffage pour y parvenir étant d'environ 12 secondes.

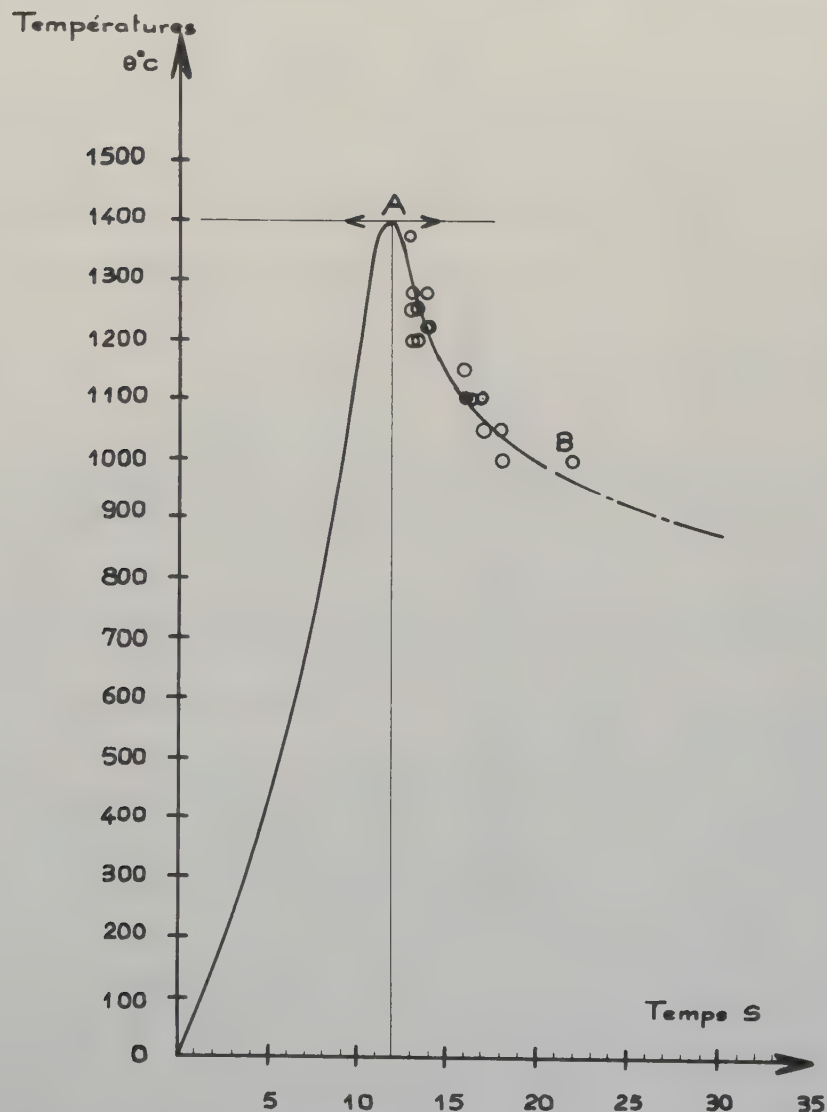
Le cycle thermique présenté à la figure n° 36 a été établi après plusieurs essais de chauffage et de refroidissement rapides. Cette courbe est semblable à celle établie par NIPPES (26) et SOPHER (28) pour le refroidissement d'un cordon de soudure. Le gradient thermique obtenu au refroidissement avec l'installation est très voisin de celui d'un cordon de soudure en cours de refroidissement. On peut donc penser que l'essai est représentatif du cycle thermique imposé à un cordon de soudure.

L'intervalle de température entre les essais est de 50°C, généralement et pour chaque température, trois à quatre éprouvettes sont rompues.

Figure n° 36

ESSAIS DE TRACTION A CHAUD

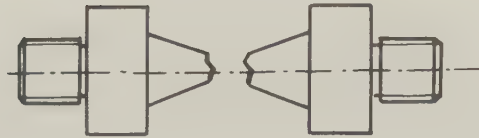
CYCLE THERMIQUE IMPOSE AUX EPROUVETTES



Les éprouvettes rompues sont de deux types : (voir figure n°37)

- . celles qui présentent une importante struction,
- . celles qui se rompent sans struction.

Figure n° 37



rupture ductile



rupture fragile

Les premières indiquent que la rupture s'est faite avec déformation plastique et que l'alliage est ductile à la température d'essai.

Pour les autres, la rupture s'est faite sans déformation. L'alliage n'est pas ductile à la température considérée. Les cassures sont d'aspect fibreux et interdendritique. Elles font penser à l'existence d'un constituant à bas point de fusion ou fragile situé aux joints des dendrites.

En appelant :

- . So la section initiale de l'éprouvette non rompue,
- . S la section de l'éprouvette après rupture au droit de la cassure,

la ductilité à la température considérée peut être représentée par la contraction relative :

$$\Delta S = \frac{S_0 - S}{S_0} \times 100$$

Les éprouvettes essayées n'ayant que 6 mm de diamètre, il serait difficile de mesurer avec précision au planimètre la section rompue. Aussi, a-t-on tourné la difficulté en photographiant les surfaces de rupture, deux par deux, puis en exécutant un agrandissement à l'échelle $g = 5$ de ces photographies.

Cette méthode a déjà été utilisée par NIPPES et SAVAGE (26). Chaque photographie a été comparée au contour de l'éprouvette pour tracer le contour de la section rompue. Les photographies ont ensuite été découpées le long de ce tracé.

Il suffisait alors de peser avec une balance de précision les photographies des surfaces de cassure pour obtenir :

- . Po le poids de la photographie de la section initiale,
- . P le poids de la photographie de la section rompue .

La ductilité est alors représentée par la variation relative de poids :

$$\Delta P = \frac{P_0 - P}{P_0} \times 100$$

Figure n°39

ESSAIS DE TRACTION A CHAUD A TEMPERATURE
MONTANTE SUR METAL DEPOSE Z10CN 25 .20

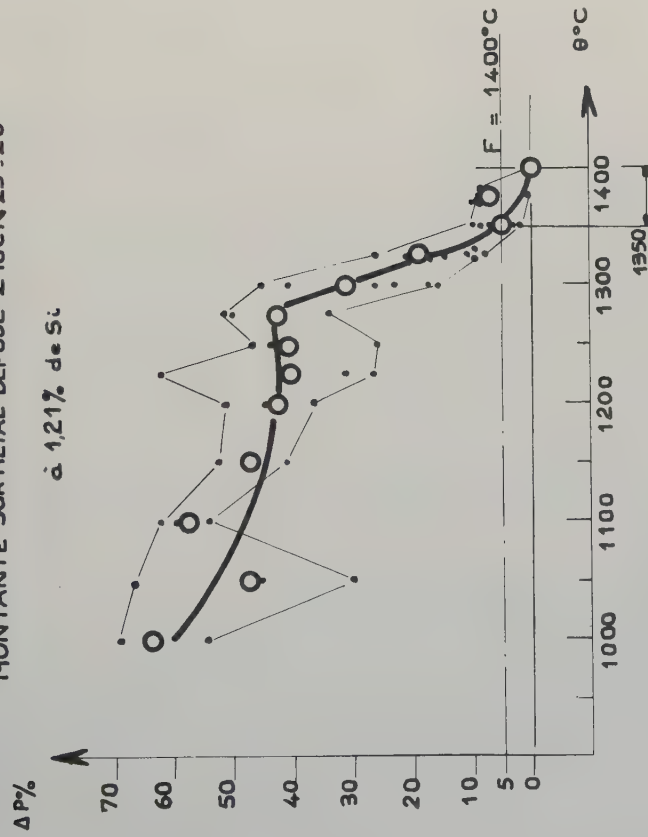
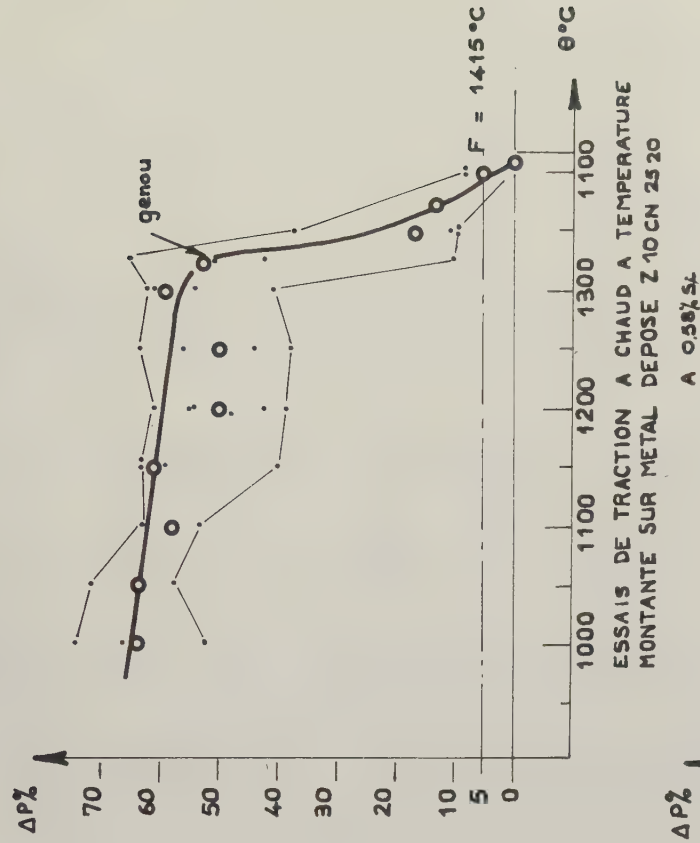
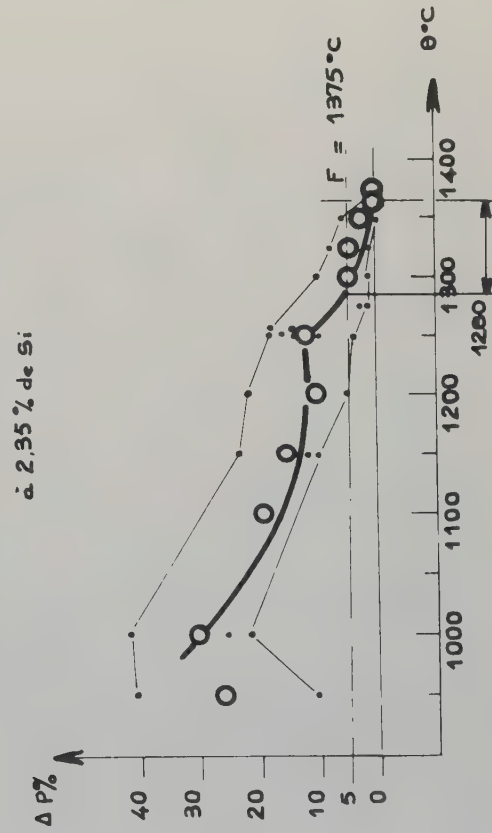


Figure n°38

ESSAIS DE TRACTION A CHAUD A TEMPERATURE
MONTANTE SUR METAL DEPOSE Z10CN 25 20
A 0,15% DE S₂



ESSAIS DE TRACTION A CHAUD A TEMPERATURE
MONTANTE SUR METAL DEPOSE Z10CN 25 .20



Pour obtenir la variation de ductilité de l'alliage en fonction de la température d'essai $\theta^{\circ}\text{C}$, il suffit de tracer les courbes

- $\Delta P = f(\theta)$ pour des essais effectués
- à température montante
 - à température descendante.

RESULTATS OBTENUS SUR L'ACIER Z 10 CN 25-20 A TENEUR VARIABLE

EN SILICIUM

3,71 - Ductilité au chauffage

Un chauffage très rapide de l'éprouvette peut permettre la fusion des agrégats ségrégués à caractère eutectique, sans qu'une diffusion importante de ces agrégats ait le temps de se produire.

Une certaine diffusion a cependant le temps de s'opérer, mais on peut espérer déterminer la température à partir de laquelle le matériau devient fragile et penser que cette température correspond à la fusion des phases résiduelles interdendritiques ségréguées.

Les figures n° 38 et 39 présentent les résultats obtenus avec les alliages des lots n° 2-3-4-5.

Les points représentent les valeurs expérimentales et les cercles la moyenne des valeurs expérimentales. Le contour en trait fin indique la dispersion des résultats.

La dispersion des résultats d'essais permet d'admettre à priori qu'un ΔP de 5 % peut être considéré comme nul, ce qui revient sur les courbes à décaler de 5 % vers le haut l'axe horizontal des températures.

Les courbes en trait continu représentent les fonctions $\Delta P \% = f(\theta^{\circ})$, moyenne des résultats expérimentaux.

On constate que l'acier déposé est d'autant moins ductile que la teneur en silicium est plus élevée.

L'alliage du lot n° 2 (0,15 % Si) présente un front de ductilité presque vertical indiquant que pour une température légèrement inférieure à la température de fusion ($F = 1415^{\circ}\text{C}$), le matériau a rapidement une bonne ductilité.

Aucun palier $\Delta P \% = 0$ n'existe. Il n'y a pas d'eutectique. Par contre, du fait de la ségrégation mineure, les joints de dendrites et basales ont une composition chimique différente de la composition du centre des grains.

Ces joints commencent à fondre (solidus) avant la fusion complète de l'éprouvette (liquidus). Ce début de fusion est caractérisé par la perte brutale de ductilité.

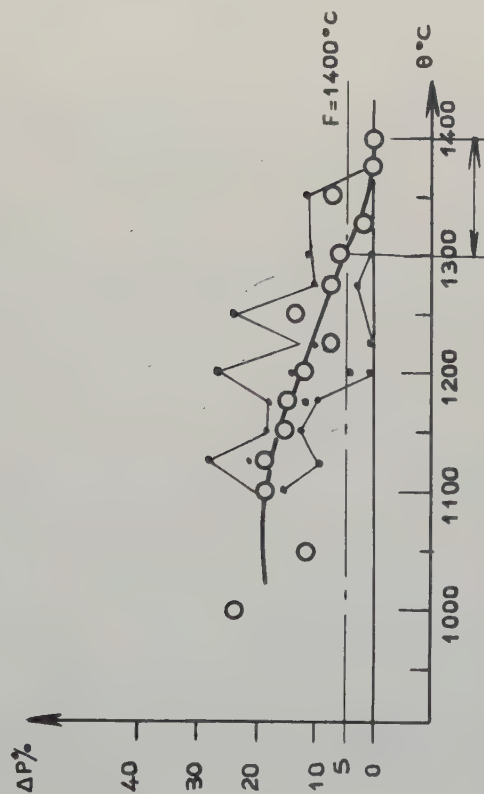
On peut aussi penser que, s'il y a une quelconque phase ségréguée, elle devient fragile à cette température et la courbe présente un "genou", comme l'a montré WILLIAMS (30).

- Pour la nuance n° 3 (0,58 % Si), l'allure de la courbe $\Delta P \% = f(\theta)$ est la même. On semble cependant apercevoir un léger palier $\Delta P = 0$ % entre 1 380°C et 1 410°C. Peut être un agrégat eutectique ségrégué existe-t-il ?

- L'acier de nuance n° 4 (1,21 % Si) n'a plus un front de ductilité vertical. Ce front a une pente plus douce. Lorsque la température est légèrement inférieure à celle de la fusion de l'éprouvette (1 400°C), la ductilité est médiocre. Un palier de ductilité nulle existe entre 1 350°C et 1 400°C.

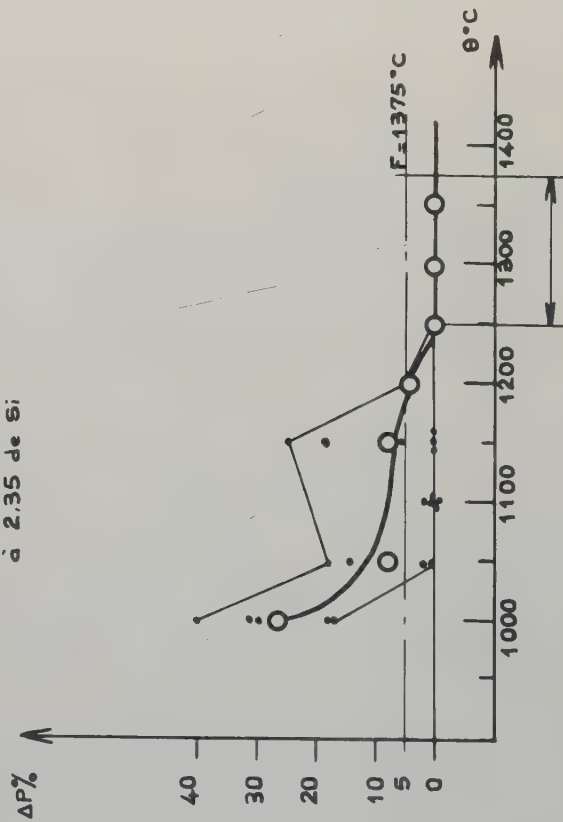
ESSAIS DE TRACTION A CHAUD A TEMPERATURE
DESCENDANTE SUR METAL DEPOSE Z10CN25.20

à 1,21 % de Si



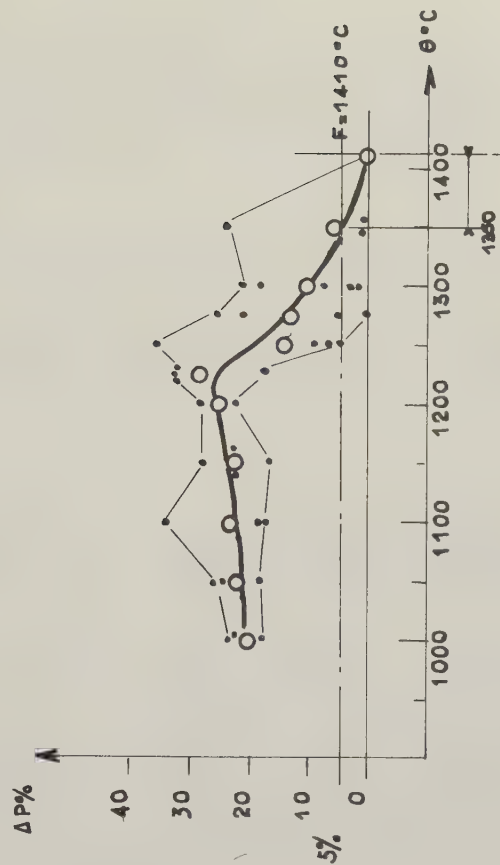
ESSAIS DE TRACTION A CHAUD A TEMPERATURE
DESCENDANTE SUR METAL DEPOSE Z10 CN 25-20

à 2.35 % de Si



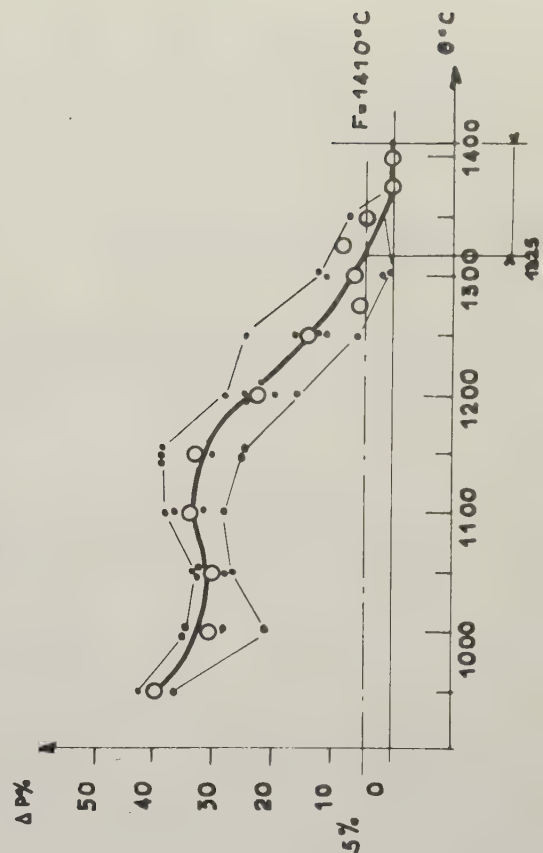
ESSAIS DE TRACTION A CHAUD A TEMPERATURE
DESCENDANTE SUR METAL DEPOSE Z.10.CN.25.20

à 0,5 % Si



ESSAIS DE TRACTION A CHAUD A TEMPERATURE

DESCENDANTE SUR METAL DEPOSE Z.10CN.25.20 à 0.58% Si



- Quant à la nuance n° 5 (2,35 % Si), la courbe ne présente plus qu'une légère pente. Aux erreurs de mesure et opératoires près, on discerne l'existence d'un palier $\Delta P = 0$ entre 1280°C et la température de fusion 1375°C. Une phase ségrégée interdendritique existe probablement. En fait, il est difficile d'interpréter les résultats obtenus sur cette nuance, car de nombreuses éprouvettes présentaient avant l'essai des microfissures qui s'étaient créées en cours de solidification des dépôts de soudure servant à réaliser des éprouvettes.

REMARQUE : Nous constatons ainsi que pour des teneurs croissantes en silicium, l'intervalle de ductilité nulle ($\Delta P \% = 0$) du matériau s'accroît.

Nous remarquons, d'autre part, que la température de fusion des éprouvettes, admise comme température du liquidus de l'alliage, diminue lorsque la teneur en silicium s'accroît. La température du "genou" s'abaisse lorsque la teneur en silicium s'accroît. (voir tableau n° 4)

TABLEAU N° 4
essais au chauffage sur Si

LOT	Si%	θ° liquidus	intervalle $\Delta P \approx 5\%$	θ° genou
2	0,15	1415°C	15°C	1325°C
3	0,58	1410°	30°C	1300°
4	1,21	1400°	50°C	1275°
5	2,35	1375°	75°C	1250°

3,72 - Ductilité au refroidissement

Une série d'essais a été conduite à température descendante à partir de 1400°C. Les figures n° 40 et 41 représentent les résultats obtenus avec les alliages des lots n° 2-3-4-5.

REMARQUES : L'acier est beaucoup moins ductile lorsque l'essai de traction a lieu en cours de refroidissement des éprouvettes. Nous interpréterons ce phénomène.

Comme pour les essais en cours de chauffage, les fronts de ductilité sont d'autant moins verticaux que la teneur en silicium de l'acier s'accroît.

De faibles paliers $\Delta P = 0$ sont mis en évidence à partir de Si % = 0,58. Ces paliers sont d'autant plus longs que la teneur en silicium du matériau s'accroît.

Pour Si % = 2,35, un large intervalle de ductilité nulle existe, dévoilant très certainement l'existence d'un agrégat eutectique interdendritique ségrégé abondant.

La température du "genou" s'abaisse, lorsque la teneur en silicium s'accroît (voir tableau n° 4).

3,8 -

INTERPRETATION DES RESULTATS OBTENUS AU REFROIDISSEMENT

La ductilité du matériau est fortement diminuée lors des essais de traction en cours de refroidissement d'éprouvettes préalablement portées à une température voisine de la fusion.

Ce phénomène peut s'expliquer comme suit :

3,81 - Au chauffage, les constituants ségrégés sont remis partiellement en solution. Plus la température de chauffage est élevée, plus la dissolution est grande.

Lors du refroidissement rapide à la température d'essai, une grande proportion des constituants dissous est rejetée hors de la solution, c'est-à-dire aux joints des dendrites et basaltes. Cette théorie a été vérifiée par NIPPES-SAVAGE-BASTIAN-MASON et CURRAN (26).

3,82 - D'autre part, nous pouvons penser avec CASTRO-QUINTON-POUSSARDIN (15) qu'au cours de la traction, la diffusion des éléments ségrégés est accélérée. Les ségrégations précipitent et fragilisent les espaces interdendritiques pendant la déformation du métal. Les éléments passent d'un état thermodynamique moins stable vers un état plus stable conduisant à la formation de précipités eutectiques ou autres.

3,83 - Nous pouvons aussi admettre qu'au cours du chauffage à la température voisine de la fusion, un autre phénomène se superpose aux précédents.

La solidification rapide des cordons de soudure constituant les dépôts a permis l'établissement de nombreuses lacunes et imperfections du réseau cristallin.

Les paramètres du réseau cristallin ne sont pas les mêmes dans les zones interdendritiques ségrégées et au centre des basaltes, de sorte que des dislocations se forment à la surface des zones ségrégées où le taux de contrainte est :

$$\sigma = \Delta c \cdot \frac{\Delta \lambda}{\lambda} \cdot E$$

λ est le paramètre du réseau cristallin de la matrice

σ est la contrainte.

Δc est la différence de concentration atomique entre les régions ségrégées et le coeur des dendrites,

$\Delta \lambda$ est la différence des paramètres du réseau cristallin entre la phase ségrégée et la matrice, ou entre la zone interdendritique et le coeur de la dendrite,

E est le module d'élasticité du matériau.

D'après W.A. TILLER (31), la densité des imperfections du réseau cristallin est donnée par la relation :

$$\eta = \frac{8}{b \cdot a} \left(\Delta c \cdot \frac{\Delta \lambda}{\lambda} - \epsilon_e \right)$$

La figure n° 42 indique la répartition des imperfections ou dislocations le long des basaltes ou dendrites, avec

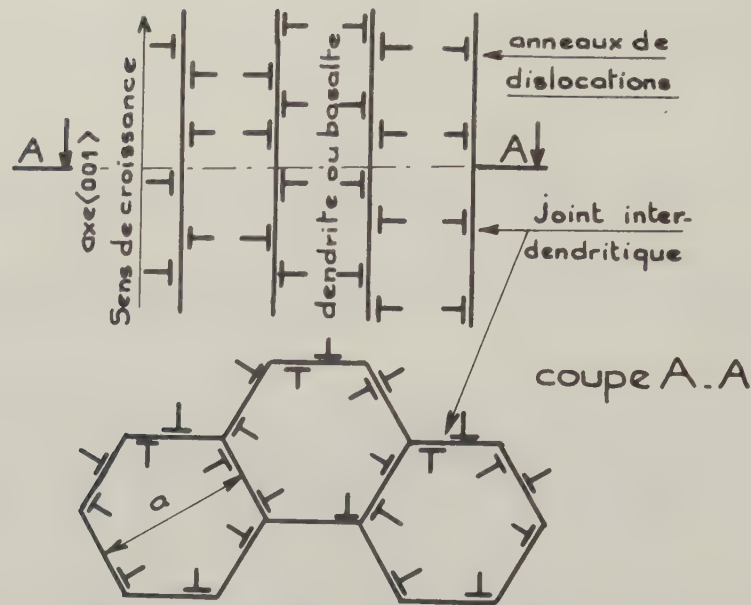
a largeur de la dendrite

ϵ_e partie élastique de la déformation introduite dans le cristal par la charge

b vecteur de Burgers

$$\epsilon = \frac{\sigma}{E} \text{ et } \epsilon = \epsilon_e + \epsilon_{\text{Plastique}}$$

Figure n° 42



Les tensions internes dans le métal brut de solidification sont importantes et, au cours du chauffage, les dislocations et lacunes se déplacent ou coalescent vers les joints de dendrites et basales, où elles peuvent se grouper pour former de véritables microfissures à l'échelle atomique pouvant entraîner la naissance de microfissures à l'échelle microscopique. On peut ainsi comprendre que le chauffage rapide à haute température amoindrit la résistance et la ductilité de l'acier.

3,9 -

CONCLUSIONS SUR LES ESSAIS DE TRACTION A CHAUD

EXECUTES SUR L'ACIER 25-20 A TENEUR VARIABLE EN SILICIUM

Les essais de traction à température montante indiquent un léger palier $\Delta P = 0$ pour le lot n° 3 (Si % = 0,58), le lot n° 4 (Si % = 1,21) et le lot n° 5 (Si % = 2,35).

Les essais à température descendante mettent mieux en évidence des paliers $\Delta P = 0$ à partir d'une teneur en silicium de 0,58 %. Un palier vraiment net et important existe pour Si = 2,35 %.

On peut donc supposer qu'à partir de 0,58 % de silicium, l'acier présente des eutectiques ségrégués.

Pour le lot n° 5 (Si % = 2,35), la température eutectique est de 1 250°C. ($\Delta P = 0$ et non $\Delta P = 5$ %).

Pour les teneurs Si < 2,35 %, on peut penser que le manque de ductilité est imputable à la présence de phases ségréguées fragiles du type combinaisons métalliques ayant une faible énergie interfaciale avec la matrice austénitique.

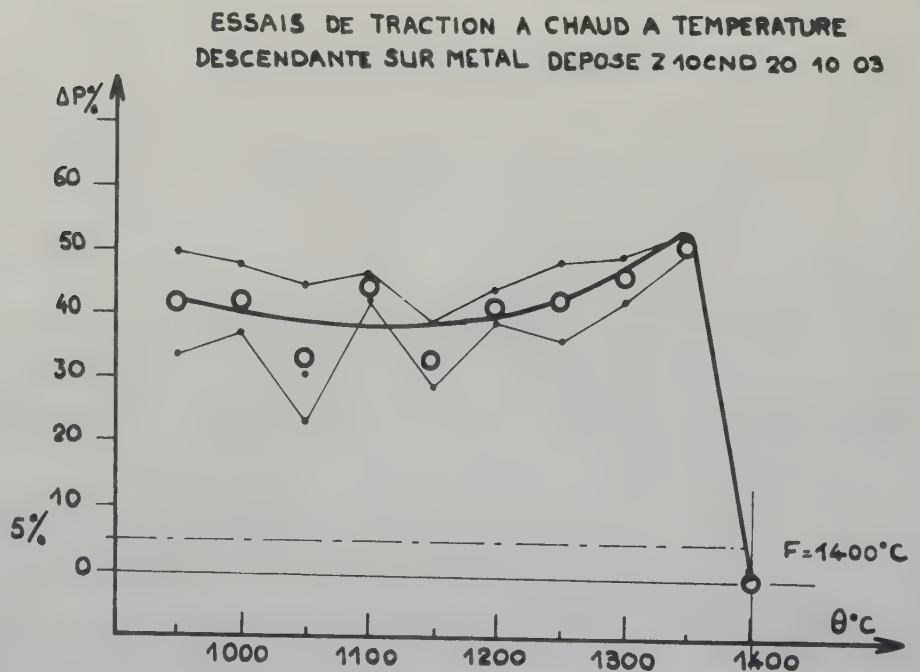
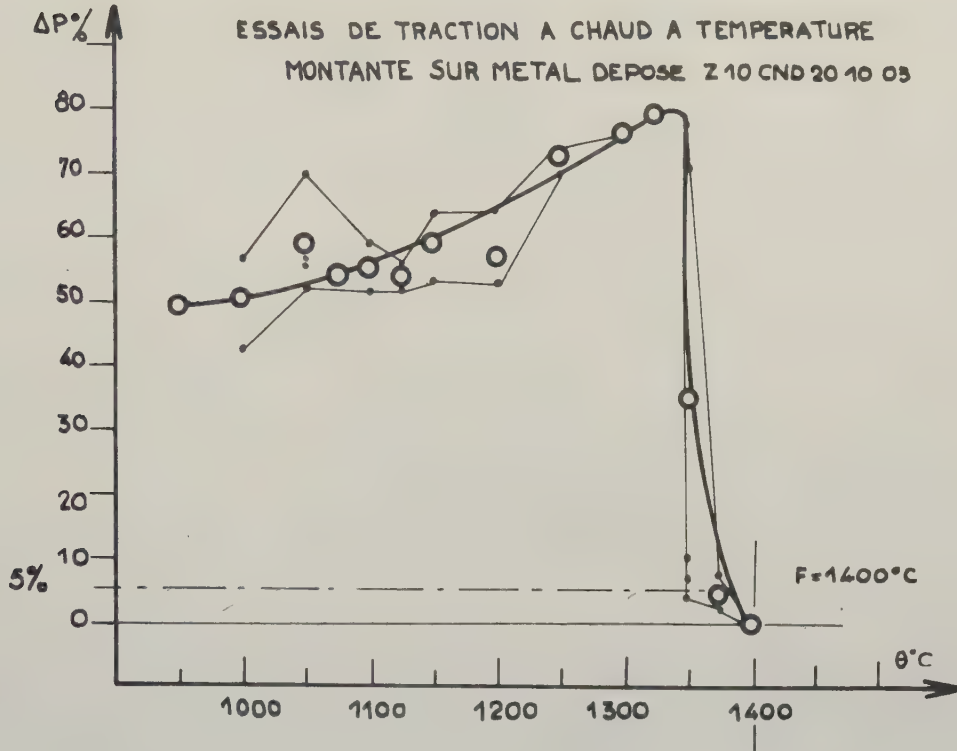
3,91 - RESULTATS OBTENUS SUR L'ACIER AUSTENO-FERRITIQUE Z 10 CND 20-10 -

Nous avons trouvé lors des essais de fissuration que l'alliage déposé de nuance 20 Cr - 10 Ni - 3 Mo n'était pas sensible au phénomène de fissuration. Il est donc intéressant d'évaluer la ductilité à chaud de cet acier et de la comparer à celle de l'acier 25-20.

La figure n°43 représente les courbes de ductilité obtenues au chauffage et au refroidissement. Ces courbes ont même allure et présentent deux caractéristiques des aciers peu sujets au phénomène de fissuration à chaud.

- . un front de ductilité vertical et pas d'intervalle de ductilité nulle,
- . une ductilité relativement bonne à toute température comprise entre 1 000 et 1 400°C.

figure n°43

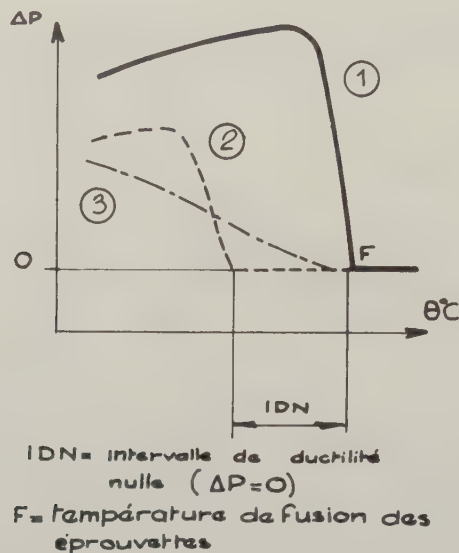


REMARQUE : Les résultats obtenus sur l'acier de nuance Z 10 CND 20 10 sont moins dispersés que ceux obtenus sur l'acier Z 10 CN 25 20. Ceci résulte de la plus grande isotropie de l'acier 20-10-3 qui a un grain fin, les joints sont plus nombreux, leur surface plus étendue et les fims nuisibles moins épais.

3,92 - COMPARAISON DES RESULTATS AVEC CEUX INDIQUEES DANS LA LITTERATURE

Nous avons, en résumé, trouvé 3 types de courbes de ductilité présentées à la figure n° 44.

FIGURE N° 44



La courbe du type 1 présentant un front de ductilité vertical ou à faible pente représente un alliage peu sensible au phénomène de fissuration à chaud.

La courbe du type 2 présentant un intervalle de ductilité nulle (I D N) important représente un alliage très sensible au phénomène de fissuration à chaud.

La courbe du type 3 ayant une décroissance lente, lorsque la température s'élève, est significative d'un alliage sensible au phénomène de fissuration.

Nous avons trouvé pour le type 1 l'acier déposé 20-10-3 et l'acier 25-20 ayant une très faible teneur en silicium Si % = 0,15. Les essais de fissuration ont indiqué que ces métaux déposés par soudure fissuraient peu.

Nous avons trouvé pour le type 2 l'acier 25-20 contenant 2,35 % de Si, cet acier fissure particulièrement bien.

Les aciers 25-20 contenant 0,58 % de silicium et 1,21 % de silicium sont représentatifs du type n° 3.

Les essais exécutés au refroidissement des éprouvettes sont souvent plus significatifs de ces types et phénomènes déjà cités dans la littérature (27-28-29-30)

Les résultats obtenus sur l'acier 20-10-3 sont très comparables à ceux obtenus par NIPPES (26) sur l'acier américain de nuance voisine ASTM 347 ou Z 10 CH 18 10.

CHAPITRE IV

-:-:-

ETUDE METALLOGRAPHIQUE

-:-:-

Les essais de fissuration présentés au chapitre II ont indiqué un accroissement important de l'aptitude du métal déposé à fissurer lorsque les teneurs en silicium sont élevées.

Nous avons essayé, par des inspections métallographiques au banc optique et au microscope électronique, de déceler l'existence de phases dont on pourrait relier l'existence à la sensibilité importante de fissuration de l'acier 25 % Cr - 20 % Ni déposé par soudure.

Cette étude métallographique a été conduite de manière systématique, pour toutes les nuances d'acier étudiées.

4,1 - EXTRACTION ET PREPARATION DES ECHANTILLONS METALLOGRAPHIQUES -

Dans chaque plaque d'essai de fissuration, des échantillons métallographiques sont extraits par sciage mécanique en évitant d'échauffer l'acier pendant la coupe.

Ces échantillons, soigneusement numérotés, sont soumis au polissage mécanique avec divers papiers carborundum abrasifs humides (grade 250 à 800).

Le polissage a été terminé sur disque de feutre, soit à l'alumine (1 heure - 3 heures - 24 heures), soit à la pâte diamantée, de manière à obtenir un poli spéculaire satisfaisant.

Parfois, lorsque la section du cordon de soudure étudié ne comportait pas de fissure apparente à l'oeil, un polissage électrolytique complémentaire au tampon, à 50-60 V avec le réactif BEPER a été fait afin d'éliminer les rayures consécutives au polissage mécanique.

4,2 - ATTAQUE CHIMIQUE OU ELECTROLYTIQUE

REACTIFS UTILISES

Divers types d'attaque ont été essayés, pas toujours avec succès. Le but cherché était de confirmer par plusieurs réactifs les structures révélées.

Deux modes essentiels d'attaque ont été opérés :

- des attaques électrolytiques,
- des attaques chimiques.

4,21 - Réactifs électrolytiques -

Parmi les réactifs électrolytiques appropriés aux attaques sur aciers inoxydables au chrome-nickel, nous avons utilisé :

- . le BUPAC,
- . le BEPER,
- . la solution aqueuse d'acide oxalique.

- Réactif électrolytique BUPAC -

Les attaques effectuées avec le BUPAC sous 30 V pendant quelques secondes (1 à 5 s) n'ont, en général, pas été satisfaisantes ; les joints dendritiques de solidification sont fortement attaqués, le relief important.

- Réactif électrolytique BEPER

Bien que ce réactif soit plutôt destiné au polissage électrolytique des aciers inoxydables au Cr-Ni, nous l'avons utilisé (50 V - 3 s) avant attaque chimique pour accuser le relief dendritique de solidification.

- Solutions aqueuses d'acide oxalique

Des solutions aqueuses d'acide oxalique à 50 g/l, 20 g/l, 10 g/l, ont été utilisées avec succès pour tous les aciers étudiés. Les caractéristiques d'attaque sont 6 V - 5 à 6 s.

4,22 - Réactifs chimiques -

Les aciers réfractaires sont difficiles à attaquer, nous avons trouvé peu de réactifs satisfaisants. Quatre réactifs chimiques dont les compositions et les conditions d'attaque sont données ci-dessous ont été employés.

. L'eau régale glycinée ou réactif de VILLELA -

<u>composition</u> :	acide chlorhydrique	2 volumes
	acide nitrique	1 volume
	glycérine	3 volumes

conditions d'attaque : utilisée fraîchement préparée, à froid, l'eau régale glycinée décèle une phase interdendritique ségrégée dans les aciers 25-20 contenant une addition de silicium.

temps d'attaque : 30 secondes environ.

. Solution alcoolique nitrofluorhydrique -
appelée encore : eau régale fluorhydrique.

<u>composition</u> :	alcool éthylique	80 ml
	acide fluorhydrique concentré	15 ml
	acide nitrique concentré	5 ml

conditions d'attaque : utilisée bouillante, la solution nitrofluorhydrique permet par des attaques de 1 à 5 minutes (selon la composition chimique de l'acier) de déceler une phase ségrégée entre les dendrites de solidification dans les aciers 25-20 contenant une addition de silicium.

. Réactif de CURRAN -

<u>composition</u> :	chlorure ferrique	10 ml
	acide chlorhydrique concentré	30 ml
	eau	120 ml

conditions d'attaque : durée 30 secondes, en passant un coton imbibé de réactif sur la surface polie de l'échantillon, on révèle une phase ségrégée interdendritique dans les aciers 25-20 contenant une addition de silicium.

. Réactif de MURAKAMI -

<u>composition</u> :	10 g de ferricyanure de potassium
	10 g de soude
	100 ml d'eau

conditions d'attaque : le réactif de MURAKAMI bouillant, par des attaques de 1 à 5 minutes, révèle une phase ségrégée interdendritique dans les aciers 25-20 déposés par soudure contenant des additions de silicium. L'attaque chimique au réactif de MURAKAMI a parfois été précédée d'une attaque électrolytique au réactif BEPER (aciers contenant du silicium).

4,23 - Remarques sur la facilité d'emploi -

Les réactifs électrolytiques sont plus faciles d'emploi que les réactifs chimiques qui nécessitent souvent l'ébullition ou une préparation récente du réactif.

Nous avons remarqué la particulière facilité d'emploi des solutions aqueuses d'acide oxalique et l'universalité d'emploi de la solution à 10 g/l pour toutes les nuances d'acier étudiées.

Par contre, les réactifs chimiques sont souvent plus révélateurs de la structure, parce qu'ils ne créent pas un relief prononcé.

4,3 - STRUCTURES OBSERVEES EN MICROSCOPIE OPTIQUE

SUR LES DIVERS ECHANTILLONS

4,31 - Matériel utilisé

Les micrographies présentées aux figures n° 45 à 52 ont été exécutées, soit sur banc métallographique NACHET avec ou sans contraste interférentiel NOMARSKI, soit sur banc métallographique REICHERT en éclairage normal ou oblique, avec ou sans contraste interférentiel.

Les forts grossissements (1 500 et plus) ont été pris avec un objectif à immersion dans l'huile de cèdre.

Le banc NACHET TM 74 a permis de prendre des clichés jusqu'au grossissement 1 725. Le banc REICHERT a permis de prendre des clichés jusqu'au grossissement 3 000.

4,32 - Structures obtenues sur métaux déposés à teneur en silicium variable -

. les figures n° 45 à 52 donnent quelques micrographies retenues parmi les meilleures et les plus représentatives. Ces micrographies sont classées de la figure n° 45 à la figure n° 52 dans l'ordre des teneurs croissantes en silicium de l'acier déposé par soudure (lots 1 à 5).

. les structures obtenues sur les lots 1 et 2 contenant peu de silicium (0,08 % - 0,15 %) n'indiquent pratiquement pas la présence de phase ségrégée interdendritique (voir figure n° 45). Seuls les joints de dendrites sont marqués. (Les Américains appellent cette structure "coring"). Quelques inclusions, probablement des éclats d'enrobage ou des oxydes, sont restées emprisonnées dans le métal en cours de solidification.

. le lot n° 3 contenant 0,58 % de silicium dans le métal déposé présente déjà une phase ségrégée interdendritique, abondante, surtout au centre du cordon de soudure, dans la zone la plus ségrégée, de dernière solidification (voir figure n° 45). Au grossissement 1 000, nous pouvons apercevoir l'aspect lamellaire ou ponctué de cette structure. Nous baptiserons cet aspect de ledeburitique, à cause de sa ressemblance avec la structure de l'eutectique des fontes.

. le lot n° 4 contenant 1,21 % de silicium présente une phase interdendritique ségrégée très abondante (voir figure n° 46). Au voisinage de la fissure principale longitudinale axiale du cordon de soudure, nous avons décelé des fissures parallèles, non débouchantes, suivant les joints dendritiques et contenant une phase blanche ségrégée.

En lumière rasante, les îlots ségrégés ont un aspect ledeburitique.

. le lot n° 5 contenant une forte teneur en silicium 2,35 % présente toujours de nombreux îlots et filets de phase ségrégée (voir figures n° 47 à 52).

Le réactif de MURAKAMI, la solution alcoolique nitrofluorhydrique, le réactif de CURRAN, révèlent nettement l'aspect ledeburitique des ségrégations. Cet aspect lamellaire ou ponctué est aussi révélé par l'acide oxalique lorsque l'examen est exécuté en contraste interférentiel NOMARSKI.

Certaines photographies (voir figures n° 47 et 51) montrent une double structure des zones interdendritiques ségréguées :

- un noyau ponctué,
- un liseré lisse.

Nous retrouverons cette structure en microscopie électronique.

D'autres photographies (voir figures n° 48 et 50) montrent que les fissures dans le cordon de soudure se développent le long des phases ségréguées et suivent les joints dendritiques. Parfois ces ségrégations présentent elles-mêmes de nombreuses microfissures. On peut ainsi penser que le phénomène de fissuration est lié :

- à la fragilité des constituants ségrégués,
- à l'énergie interfaciale entre la ségrégation et la matrice austénitique.

Mais l'aspect ledeburitique de la ségrégation indique que vraisemblablement, ces îlots ou filets ne sont pas toujours monophasés et sont parfois des eutectiques ou des eutectoïdes.

En conclusion, nous remarquons que l'accroissement de l'indice de fissilité F est lié à la présence d'une phase ou de plusieurs phases ségréguées dont l'abondance croît avec la teneur en silicium des dépôts.

D'autre part, lorsque l'élément soluté, ici le silicium, croît, la distribution de la phase se modifie conformément aux théories exposées au chapitre I.

Pour de très faibles teneurs en silicium (0,08 - 0,15 %), la phase est inexistante ou sous forme de très petits globules aux joints des dendrites.

Pour des teneurs moyennes (0,58 %), ces globules sont plus importants et s'étendent le long des faces des dendrites et à leurs coins (point triple).

Pour de plus fortes teneurs encore (1,21 % - 2,35 % de Si), la phase ségréguée s'étend en longs filaments fragiles le long des piliers dendritiques dans une direction normale aux isothermes de refroidissement, suivant des axes $\{100\}$.

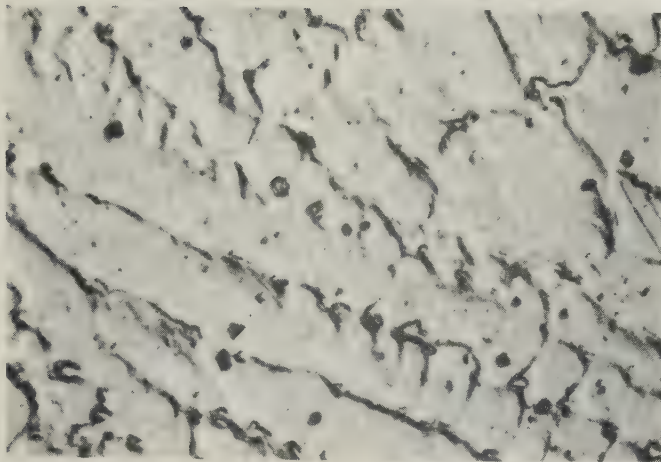
Nous n'avons pas étudié de compositions suffisamment riches en silicium pour constater l'envahissement progressif des espaces interdendritiques par les phases ségréguées en un réseau continu d'eutectique, évitant ainsi la fissuration par "guérison liquide".

4,33 - Conclusion -

Dans tous les cas, nous avons vu apparaître des phases ségréguées qui, pour de fortes teneurs en élément soluté, (ici le silicium) ont une allure eutectoïde ou eutectique. Les micro-et macrofissures sont toujours intimement liées à la présence et à la distribution de ces phases dont nous recherchons plus loin la nature.

Dans tous les cas, le phénomène de fissuration est interdendritique. Il est plus important, lorsque les phases ségréguées sont à l'état de films entre les dendrites, cas où selon BORLAND, (1) on a $\theta = 0^\circ$ et $\Gamma \neq 0,5$. Nous n'avons pas remarqué particulièrement le phénomène de polygonisation indiqué par certains chercheurs (14) comme responsable de la fissuration à chaud des cordons de soudure.

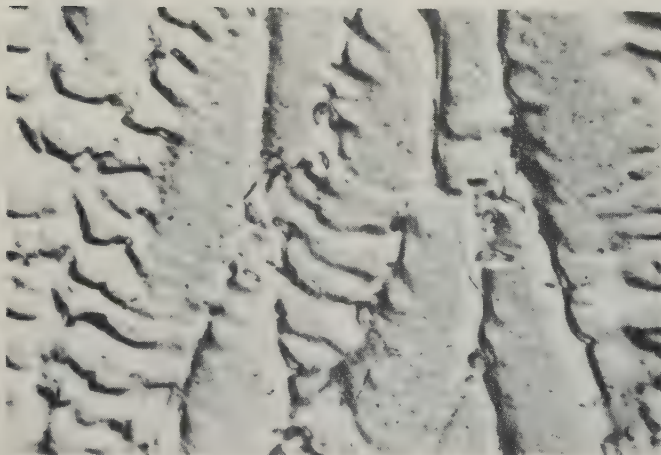
Figure 45



Lot n° 1 Si % = 0,08
g = 920

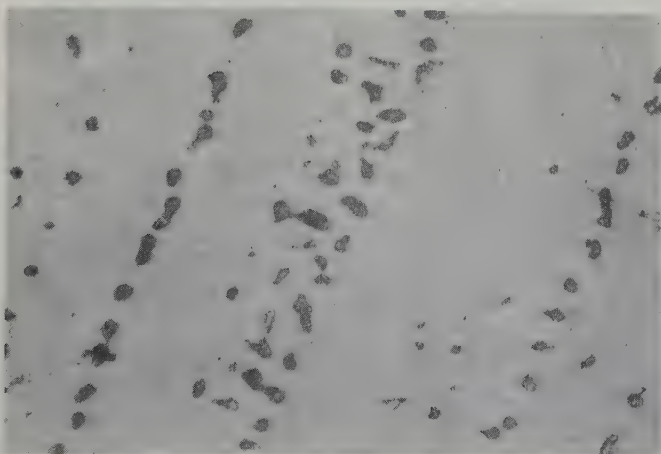
Inclusions

très peu de phases ségrégées aux joints des dendrites sous forme de globules
cordon très peu fissuré (30%)



Lot n° 1 Si % = 0,08
g = 920

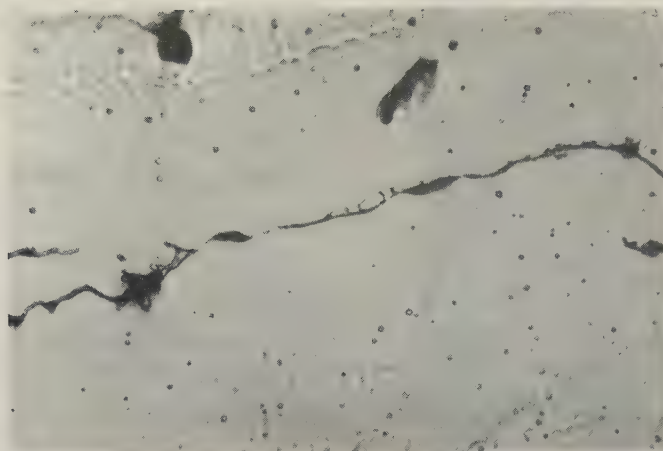
très peu de phases ségrégées.
cordon très peu fissuré (24%)



Lot n° 3 Si % = 0,58
g = 1000

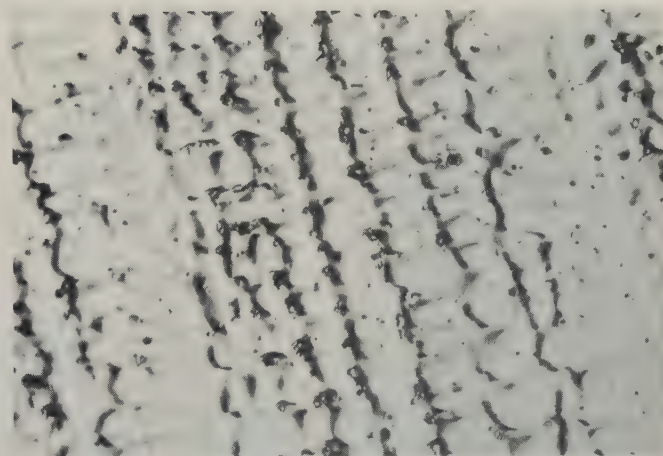
Phases ségrégées d'aspect labauritique assez abondante en gros îlots moins globulaires que ci-dessus.
Cordon fissuré à 60%

Figure n°46



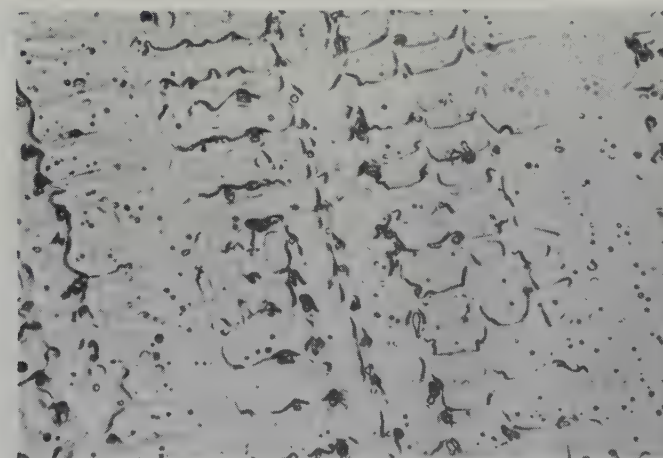
Lot n°4 SiZ=1,21
g=1000

Fissuration interdendritique
le long d'une phase blanche
ségrégée.
cordon fissuré à 64% -



Lot n°4 SiZ=1,21
g=1000

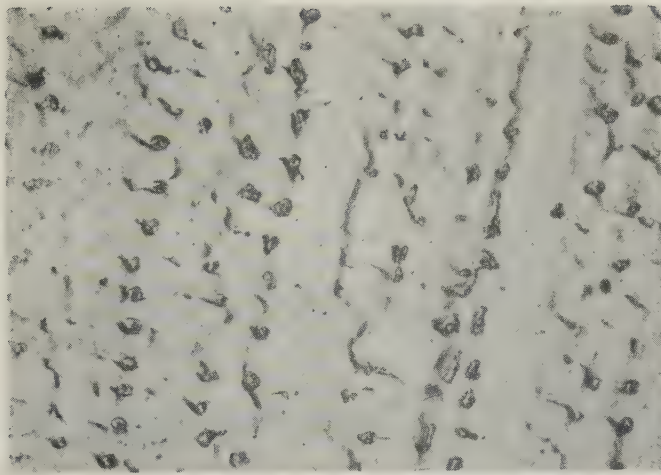
Nombreux filots interdend.
dritiques ségrégés d'as.
pect ledeburitique.



Lot n°4 SiZ=1,21
g=1000

même région que ci-
dessus, mais éclairage
normal.

Figure n° 47

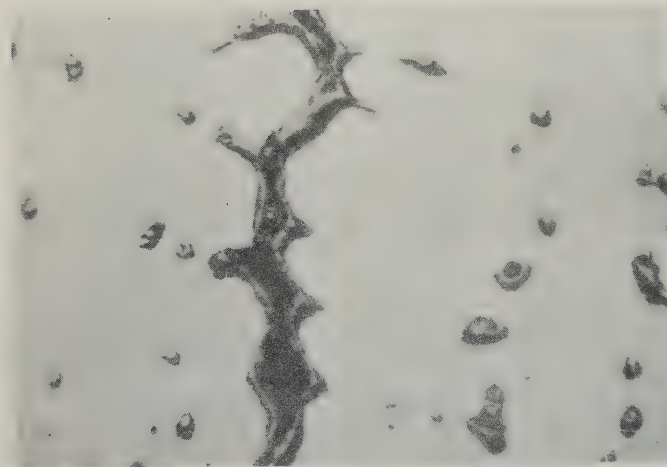


LOT n°5 Si% = 2,35

g = 1000

Nombreux îlots ségrégés
d'aspect ledeburitique.
Cette phase a tendance à
s'étendre en filets entre les
dendrites.

Cordon fissuré à 100%

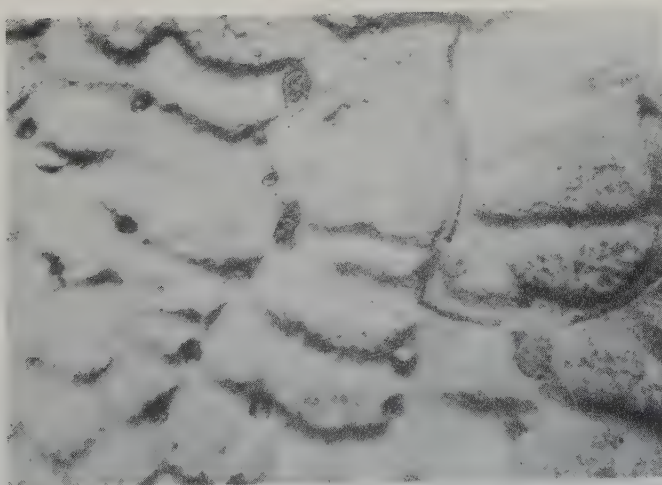


LOT n°5 Si% = 2,35

g = 1725

Fissuration interdendritique
le long d'un filet de phase
ségrégee

Cordon fissuré à 100%



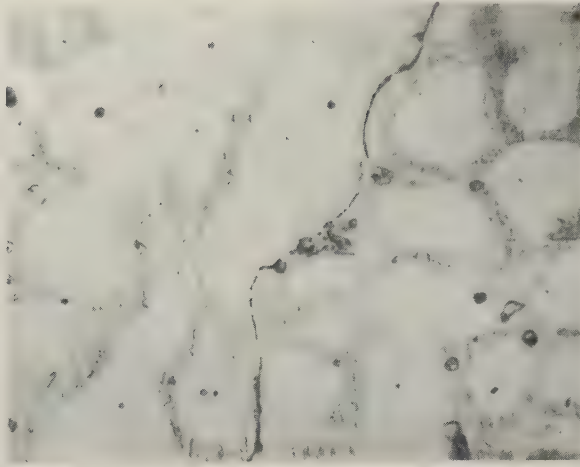
LOT n°5 Si% = 2,35

g = 1725

Fissuration interdendritique
Ilots interdendritiques ségrégés
d'aspect ledeburitique (con-
-firme les micrographies
précédentes)

Cordon fissuré à 100%

Figure n°48

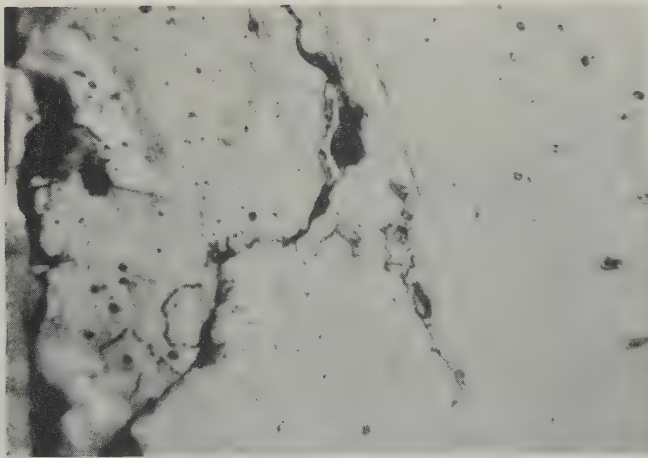


LOT n° 5 Si% = 2,35

g = 1725

Fissuration interdendritique
passant le long d'une phase
ségrégée

Cordon fissuré à 100%

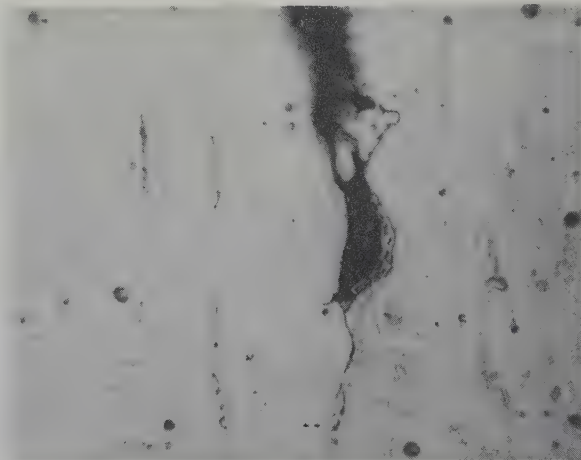


LOT n°5 Si% = 2,35

g = 1725

Fissuration le long d'une
phase ségrégée

Cordon fissuré à 100%



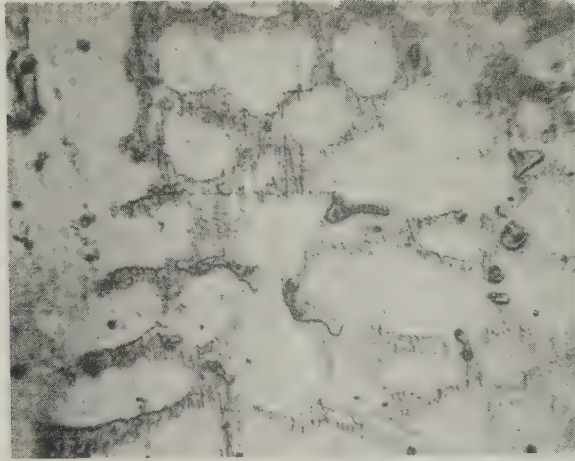
LOT n°5 Si% = 2,35

g = 1725

Fissuration le long d'une phase
ségrégée

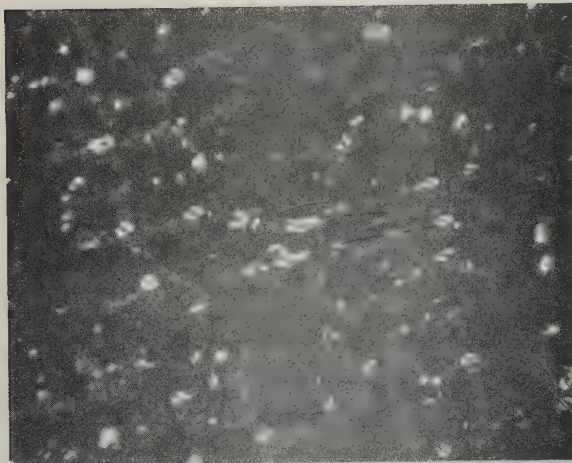
Cordon fissuré à 100%

figure n° 49



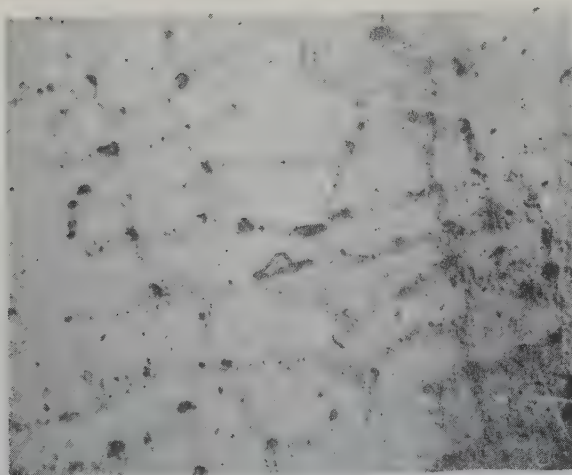
Lot n° 5 Si % = 2,35
g = 1725

Phases interdendritiques
ségréguées d'aspect lede-
buritique. Elles ont tendance
à entourer les piliers
dendritiques et à se disposer
en un réseau continu.
Cordon fissuré à 100%.



Lot n° 5 Si % = 2,35
g = 920

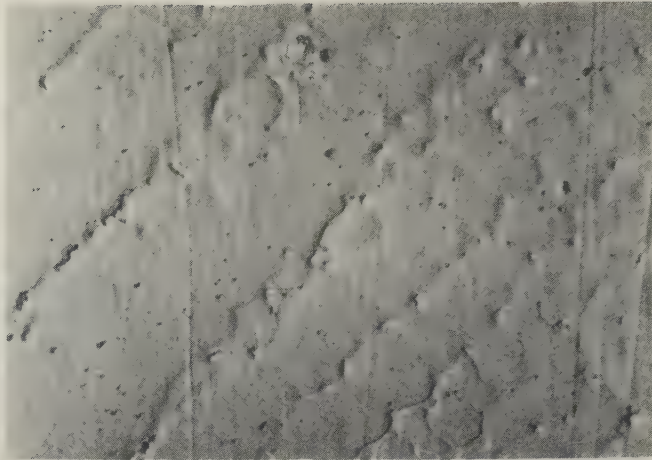
Micrographie sur fond
noir. Phase interdend-
ritique ségréguée.
Cordon fissuré à 100%



Lot n° 5 Si % = 2,35
g = 920

Même région que ci-
dessus. Micrographie
sur fond clair.

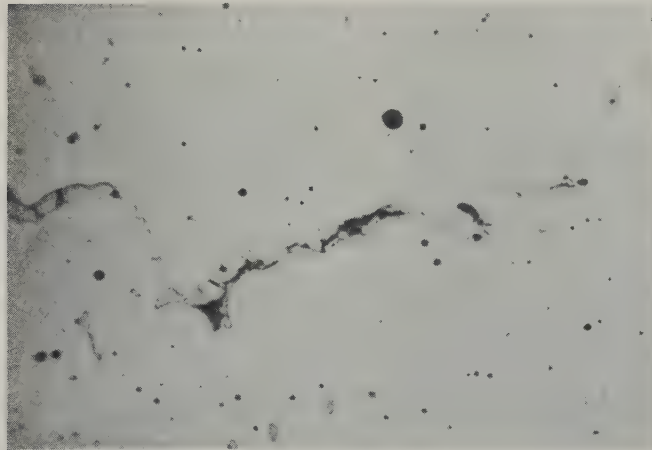
Figure 50



Lot n°5 Si % = 2,35
g = 1000

Phase interdendritique
ségrégee sous forme de
filats.

Cordon fissuré à 95 %

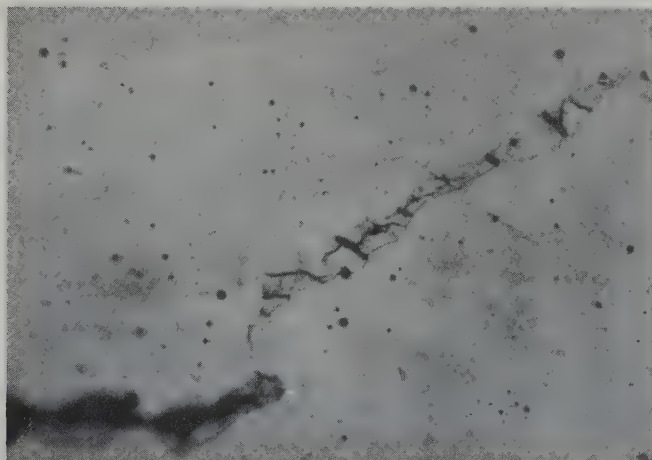


Lot n°5 Si % = 2,35
g = 1000

Zone située à la racine
d'une fissure longitudi-
nale axiale du cordon
de soudure.

Grosse ségrégation
microfissure sous forme
de filats.

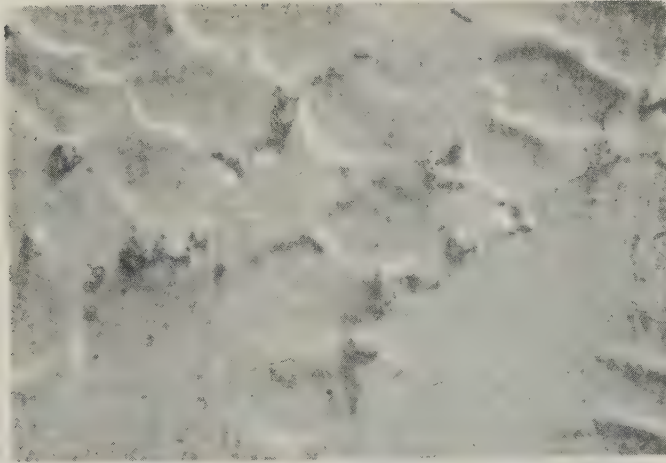
Cordon fissuré à 100 %



Lot n°5 Si % = 2,35
g = 1000

Suite de la région
précédente et amorce
de fissure

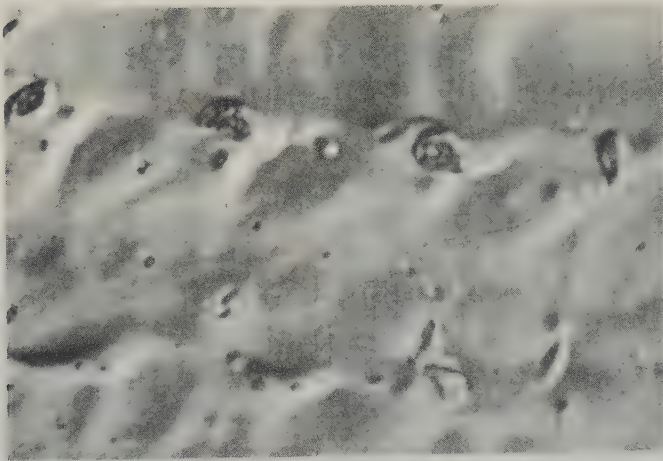
figure 51



Lot n°5 Si% = 2,35
g=1725

Phases interdendritiques
ségrégées d'aspect
ledeburitique.

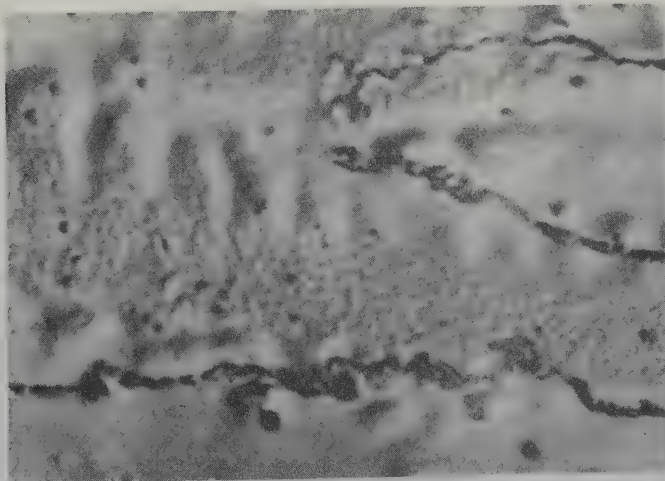
Cordon fissuré à 100%



Lot n°5 Si% = 2,35
g= 3000

Ilots ségrégés d'aspect
ledeburitique

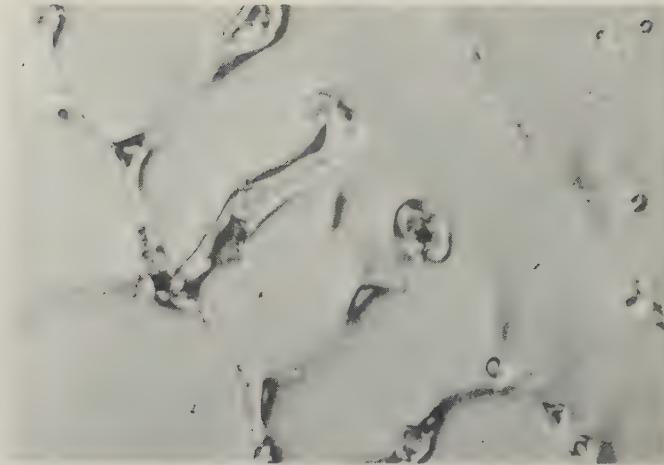
Cordon fissuré à 100%



Lot n°5 Si% = 2,35
g=3000

Ségrégation eutectique
aux joints des basaltes

Figure n° 52



LOT n° 5 Si% = 2,35

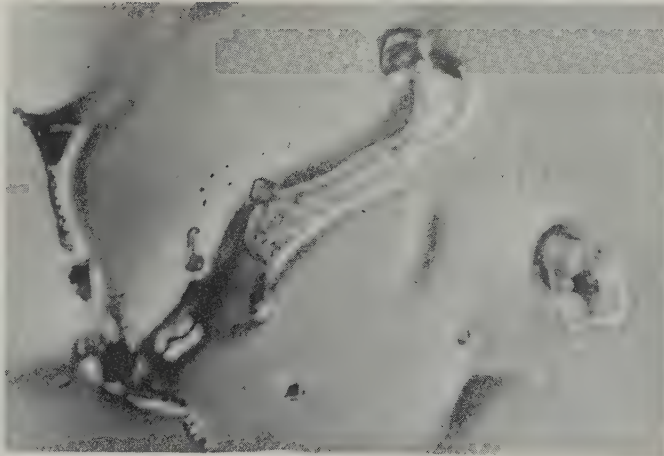
g = 1600

Ségrégation interdendritique
d'aspect ledeburitique :

- sous forme d'îlots

- sous forme de filaments

Quelques inclusions



LOT n° 5 Si% = 2,35

g = 3000

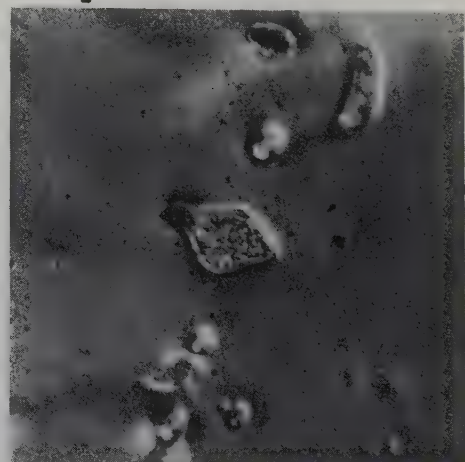
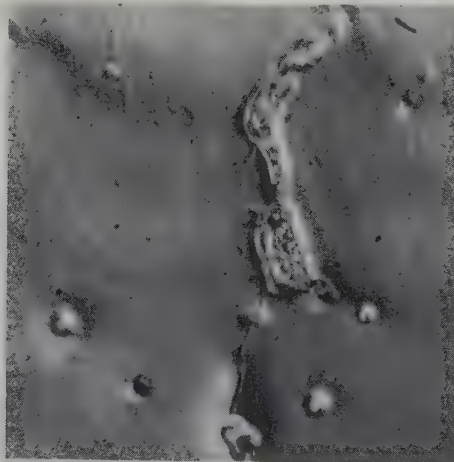
LOT n° 5 Si% = 2,35

g = 1725

Ségrégation interdendritique
d'aspect ledeburitique

Inclusions

Microfissure



4,4 -

STRUCTURES OBSERVEES EN MICROSCOPIE ELECTRONIQUE

La microscopie optique signale l'aspect ledeburitique des précipités interdendritiques. Cependant, cet aspect n'est pas toujours révélé suivant les teneurs en élément soluté (silicium) et suivant les réactifs d'attaque et le type d'observation (contraste interférentiel NOMARSKI ou non).

Afin de mieux mettre en évidence l'aspect ponctué ou lamellaire de ces précipités, nous avons exécuté quelques examens en microscopie électronique.

4,41 - Préparation des échantillons

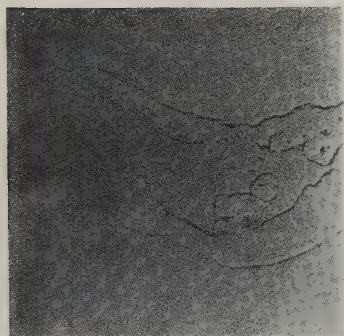
Les échantillons utilisés étaient les mêmes que ceux utilisés en microscopie optique. Les conditions de préparation mécanique et d'attaque étaient donc identiques.

Sur les échantillons ainsi préparés, diverses répliques au vernis ONERA XC 11 ou au vernis P.A. JACQUET ont été faites afin de nettoyer correctement la surface d'examen. La dernière réplique de vernis a été soumise sous vide à une ou deux projections de carbone sous incidence de 45°.

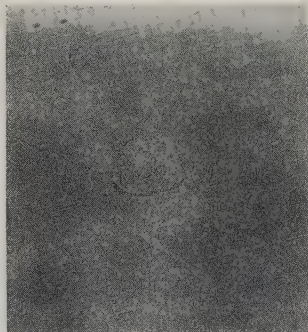
4,42 - Matériel utilisé

Les micrographies présentées à la figure n° 53 ont été exécutées sur un microscope électronique Philips EM 75.

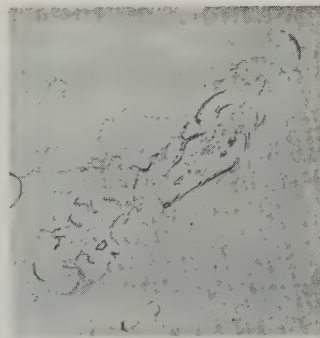
Figure n° 53
Lot n° 5 Si % = 2,35



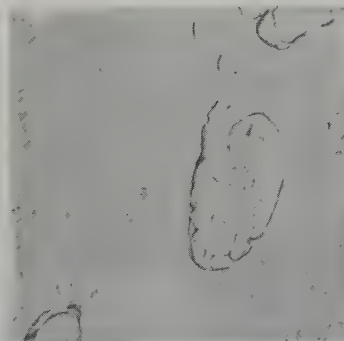
g = 15 000



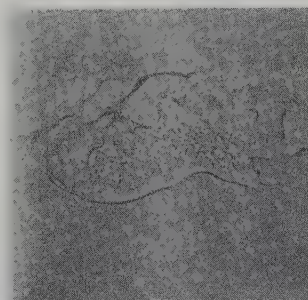
g = 8 000



g = 8 000



g = 8 000



g = 8 000



g = 8 000

4,43 - Structures obtenues sur métaux déposés à teneur en silicium variable -

Les micrographies présentées à la figure n° 53 aux grossissements 15 000 et 8 000 représentent les îlots interdendritiques ségrégués décelés sur métal déposé du lot n° 5 (2,35 % Si). Ces photographies sont à rapprocher de celles présentées aux figures n° 47 et 51, où l'on remarque que les îlots ségrégués contiennent une ponctuation interne.

La microscopie électronique met nettement en évidence la double structure de ces îlots :

- liseré plus ou moins continu,
- centre ponctué ou déchiqueté indiquant une structure diphasée des ségrégations d'allure eutectique ou eutectoïde.

4,5 - COMPARAISON DE NOS RESULTATS AVEC CEUX DE LA LITTERATURE -

Les résultats métallographiques que nous avons obtenus sont en bon accord avec ceux que présentent certains auteurs qui ont publié des études sur les dépôts de soudure en acier inoxydable.

Ainsi, les micrographies présentées aux figures n° 47 sont analogues à la figure 4_a de la communication de MEDOVAR (2).

Par contre, le phénomène de polygonisation rapporté par MOCHVAN (14) n'a pu être décelé.

4,6 - ESSAIS DE DURETE DANS LES CORDONS DE SOUDURE

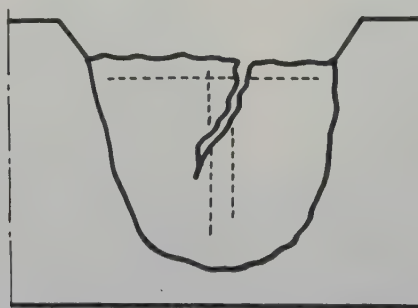
La métallographie nous a permis de déceler dans les aciers 25-20 déposés par soudure et contenant des teneurs croissantes en silicium, des phases ségréguées d'autant plus abondantes que ces éléments ont une teneur plus élevée.

Il était intéressant de connaître la dureté de ces phases et de la comparer à celle de la matrice austénitique. Pour cela, des essais de microdureté sous faible charge (10 cN) sur banc métallographique ont été envisagés. Mais on s'est rapidement rendu compte que l'empreinte du diamant Vickers ou du diamant Knoop était trop grande et débordait largement des précipités sur la matrice.

Ne pouvant obtenir satisfaction avec le microduromètre GIRSCHIG, nous avons tout simplement exécuté avec une machine TESTWELL des filiations de dureté sous charge de 5 daN dans les cordons de soudure extraits des essais de fissuration type CEA.

Pour chaque lot d'acier, 3 filiations ont été exécutées comme indiqué à la figure n°54.

Figure n° 54



- deux, parallèles à la fissure, ou dans le plan de symétrie du cordon de soudure,
- une, en peau du cordon, parallèlement à la surface du cordon.

Les résultats obtenus sont présentés à la figure n° 55 sur laquelle les duretés Vickers obtenues sous charge de 5 daN sont représentées en fonction des teneurs en silicium du métal déposé.

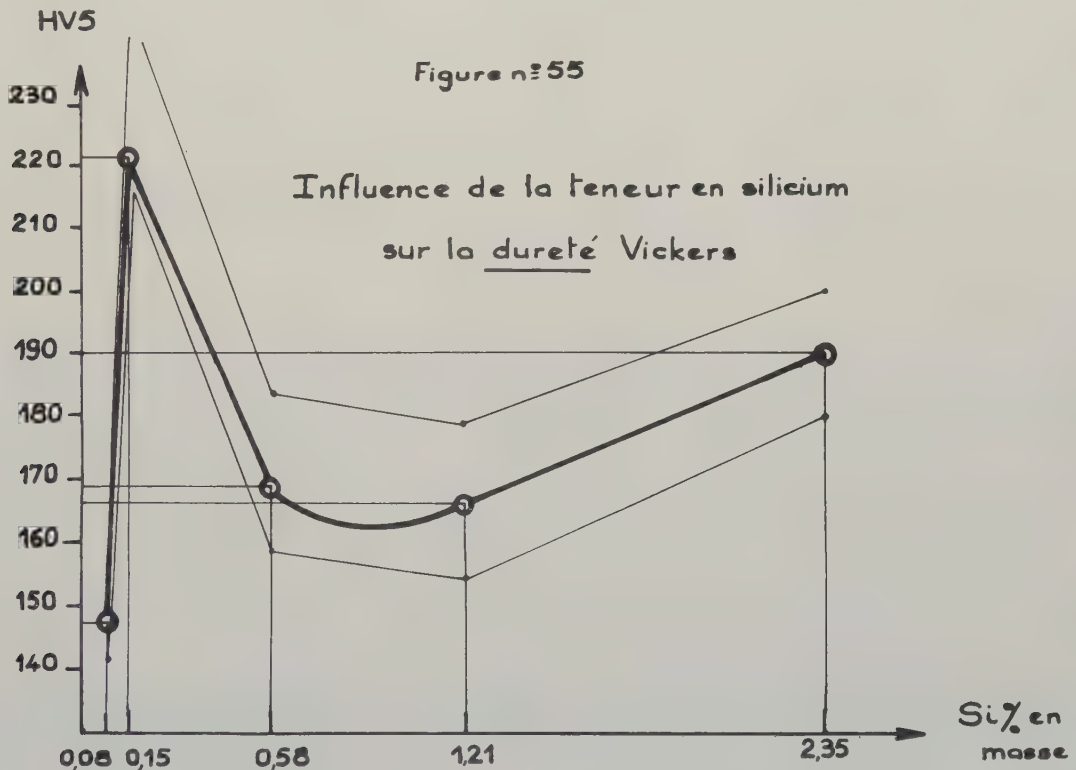
On constate un accroissement de la dureté lorsque la teneur en silicium s'élève. Il est à remarquer que pour Si % = 0,15, nous avons obtenu un pic de dureté très marqué à 220 Vickers en moyenne. Nous expliquons ce pic de deux façons :

- 1°) - la structure du dépôt était beaucoup plus fine que pour les autres lots (grain plus fin),
- 2°) - pour le lot n° 2, on a un rapport

$$\frac{\text{Si}}{\text{C}} = \frac{0,15}{0,08} = 1,9$$

Ce rapport n'est pas très éloigné du rapport $\frac{\text{Si}}{\text{C}} = 2,5$ stœchiométrique du carburandum Si C dont la grande dureté est bien connue.

On en déduit que la dureté des dépôts et corrélativement la fragilité sont d'autant plus grandes que la teneur en silicium est elle-même plus élevée, ce qui est dû à la présence d'une quantité croissante de phases ségréguées dures constituées de combinaisons intermétalliques ou métal-métalloïde.



CHAPITRE V

-:-:-

MICROSCOPIE A CHAUD SUR PLATINE CHAUFFANTE

-:-:-

L'étude métallographique a permis de déceler l'existence de phases interdendritiques et interbasaltiques ségréguées plus dures que la matrice austénitique. Ces phases forment souvent un agrégat d'aspect eutectique ou eutectoïde. Les essais de traction rapide à chaud ont montré que pour de fortes teneurs en silicium, une plage de ductilité nulle de plus de cent degrés Celsius apparaît.

Cet intervalle de ductilité nulle est probablement dû à l'existence de films interdendritiques eutectiques, ou à une phase intermétallique ségréguée fragile. Nous avons pensé, en utilisant la microscopie sur platine chauffante, voir ces agrégats eutectiques fondre et confirmer ainsi les résultats précédents.

5,1 -

APPAREILLAGE UTILISE

L'étude a été effectuée à l'aide d'une platine chauffante REICHERT, type microfour VACUTHERM, fonctionnant sous vide de 10^{-5} Torr dans la zone de températures utilisées (20°C - 1300°C). L'inspection métallographique a été faite au grossissement de 400. L'évolution des structures a été photographiée avec une caméra PAILLARD 16 mm, type H 16, travaillant à 24 images par seconde, avec un film noir et blanc Tri X (160 ASA).

5,2 -

PREPARATION DES EPROUVETTES

Les échantillons ont été extraits mécaniquement de cordons de soudure, en une seule passe, provenant de plaques d'essai de fissuration. La structure brute de solidification du cordon de soudure n'a pas ainsi été détruite.

Le schéma de la figure n° 56 représente le mode d'extraction des éprouvettes.

La face d'examen a été soigneusement polie comme une préparation métallographique classique. Les joints de dendrites et les diverses phases ségréguées ont été mis en évidence par une très légère attaque électrolytique au tampon à l'acide oxalique à 10 g/l sous 6 volts pendant 5 secondes.

Au cours de la montée en température, l'attaque thermique en phase γ a complété l'attaque précédente.

5,3 -

RESULTATS OBTENUS SUR UNE EPROUVETTE D'ACIER DU LOT N° 5

(Si % = 2,35)

Les clichés pris sont de qualité médiocre, car l'éclairage était à peine suffisant (il aurait fallu disposer d'une lampe à vapeur de mercure). Nous les avons cependant conservés et présentés aux figures n° 57-58.

Le grossissement $g = 400$ est trop bas pour déceler nettement la structure interne de la ségrégation. Les études métallographiques exécutées à fort grossissement, soit en microscopie optique, soit en microscopie électronique, ont montré la structure ledeburitique de cette ségrégation.

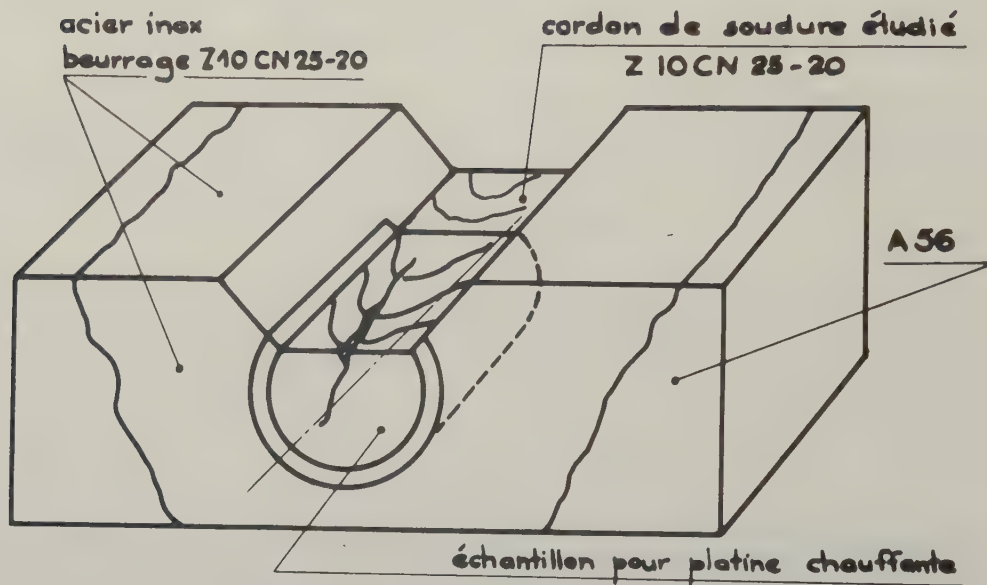
Au cours du chauffage de l'échantillon :

A 900°C : un mince filet interdendritique apparaît. Ce filet fait penser à une microfissure qui s'est formée entre deux basaltes ou deux dendrites par suite d'une montée de dislocations (38) qui coalescent, au cours du chauffage.

Au fur et à mesure de l'élévation de la température, de nombreux autres filets apparaissent le long des phases ségréguées alors que les premiers formés s'apaisissent.

EXTRACTION D'ÉCHANTILLONS POUR PLATINE CHAUFFANTE

ECHANTILLON DANS L'ESSAI C.E.A DE FISSURATION



ECHANTILLON POUR PLATINE CHAUFFANTE

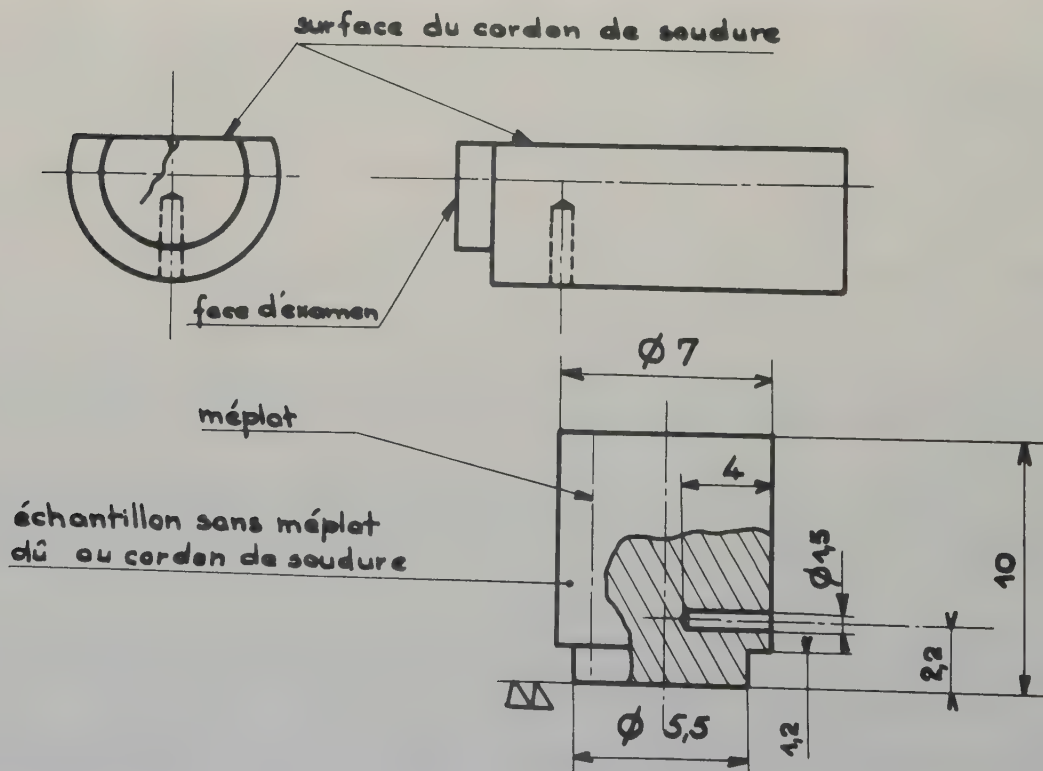
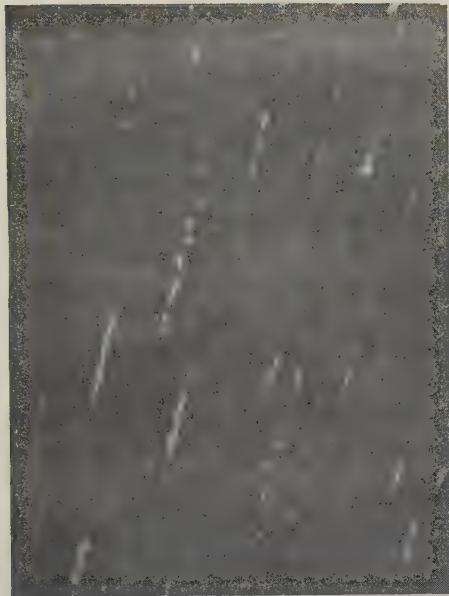
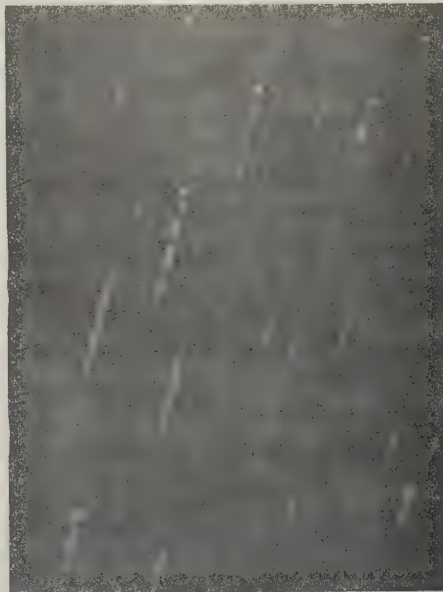


Figure n° 57

MICROGRAPHIES SUR PLATINE CHAUFFANTE AU GROSSISSEMENT
 $g \approx 400$ PRISES D'UN ACIER Z10CN25.20 CONTENANT 2,35% DE
SILICIUM ET DÉPOSÉ PAR SOUDURE



$\theta = 20^{\circ}\text{C}$ $g \approx 400$



$\theta = 800^{\circ}\text{C}$ $g \approx 400$

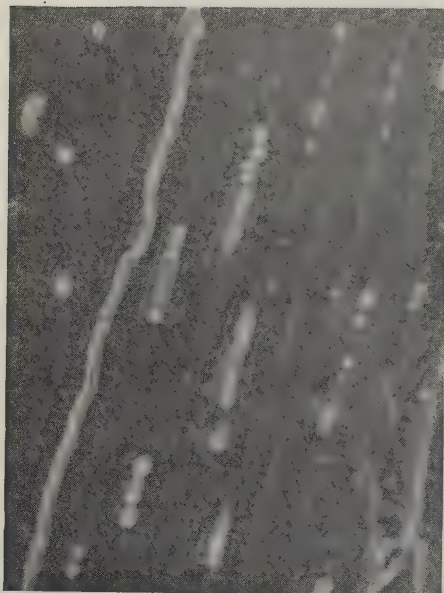


$\theta = 900^{\circ}\text{C}$ $g \approx 400$

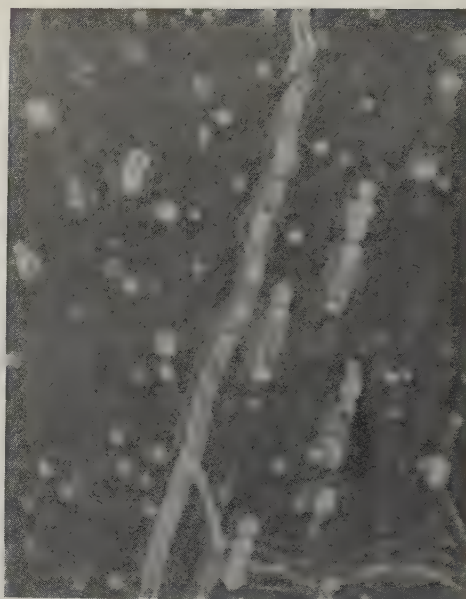


$\theta = 940^{\circ}\text{C}$ $g \approx 400$

Figure n°58



$\theta = 1100^{\circ}\text{C}$ $G = 400$



$\theta = 1200^{\circ}\text{C}$ $G = 400$



$\theta = 1300^{\circ}\text{C}$ $G = 400$



$\theta = 1350^{\circ}\text{C}$ puis refroidissement à
 20°C . $G = 175$

- à 1 100°C : les filets formés sont de plus en plus épais. On ne peut plus distinguer la structure interne des îlots ségrévés.
- entre 1 200 et 1 300°C : les îlots ségrévés prennent une forme globulaire, ce qui permet de penser qu'il y a début de fusion de ces îlots. La température de fusion de la ségrégation interdendritique est de 1 200 - 1 300°C, soit peu différente de 1 250°C : il s'agit bien d'un eutectique, puisque la matrice fond vers 1 375°C, d'après les résultats des essais de traction à chaud.
- à 1 340°C, nous avons dû interrompre la montée en température de l'échantillon qui donnait des signes certains de ramolissement et risquait par sa fusion d'endommager l'installation.

Une micrographie exécutée après refroidissement de l'échantillon (voir figure n° 58) indique bien la fusion interbasaltique et interdendritique de l'acier le long des phases ségrévées.

5,4 -

CONCLUSION

Les essais effectués présentent certaines particularités :

5,41 - Vers 900°C :

Apparition de minces filets le long des joints de basaltes ou dendrites. Ces filaments suivent, en général, les précipités ségrévés. Ce phénomène peut à notre sens s'expliquer par une montée des dislocations (38) qui, nous l'avons vu, sont plus nombreuses aux joints des dendrites et basaltes (voir chapitre III et figure n° 42).

5,42 - Vers 1 250°C :

Les phases ségrévées s'épaississent et se globularisent. Ce phénomène de coalescence est un indice de fusion des eutectiques ségrévés. La température de 1 250°C est d'ailleurs la même que celle trouvée par les essais de traction à chaud pour l'apparition de la ductilité nulle de l'acier. Ainsi, les résultats des essais sur platine chauffante confirment les résultats précédemment obtenus lors des essais de traction à chaud.

REMARQUE : Certains auteurs (34) ont souligné la grande sensibilité de l'acier 25-20 déposé par soudure, à fissurer en soudage multipasses. Ils ont décelé que les fissures prenaient naissance dans la zone du cordon de soudure réchauffée par les passes ultérieures.

L'étude à l'aide de la platine chauffante semble expliquer ce phénomène de fissuration. Au cours du réchauffage des cordons par les passes ultérieures, les dislocations se déplacent vers les joints basaltiques et forment les petits filaments que nous avons décelés vers 900°C. Ces petits filaments sont probablement des microfissures.

CHAPITRE VI

-:-:-

ANALYSES A LA MICROSONDE DE CASTAING

-:-:-

Les résultats de métallographie indiquant l'existence de phases ségréguées aux joints des dendrites, il est logique de songer à évaluer qualitativement et quantitativement l'importance de cette ségrégation.

L'un des outils de choix pour mesurer l'intensité d'une ségrégation mineure est la microsonde électronique de CASTAING, aussi y avons-nous fait appel.

Ce chapitre a pour objet de présenter les résultats que nous avons obtenus au microanalyseur à rayons X.

6,1 - PREPARATION DES ECHANTILLONS

Les échantillons ont été extraits mécaniquement de cordons de soudure provenant de plaques d'essai de fissuration. L'examen se faisait ainsi sur une structure de solidification n'ayant subi aucun traitement thermique.

Après polissage, les échantillons ont été légèrement attaqués électrolytiquement à l'acide oxalique (6 V - 6 s) en raison de sa bonne réactivité et de son action non gênante pour l'analyse à la microsonde (ni relief, ni dépôt absorbant).

6,2 - ECHANTILLONS EXAMINES

Les examens ont porté sur 3 échantillons d'acier 25-20 déposé par soudure :

- échantillon du lot n° 3	Si % = 0,58
du lot n° 4	Si % = 1,21
du lot n° 5	Si % = 2,35

En vue de déterminer la nature des constituants en réseau décelés par l'attaque électrolytique à l'acide oxalique, nous avons effectué :

- . une analyse linéaire qualitative permettant de noter les différences de constitution entre ces phases et la matrice des échantillons.
- . une analyse ponctuelle quantitative comparant la composition des phases ségréguées et de la matrice.

6,3 - ANALYSE QUALITATIVE . SPECTRES ENREGISTRES

Les caractéristiques d'utilisation de la sonde étaient :

$$I = 0,1 \mu A, \quad U = 20 \text{ kV}, \quad \text{régime régulé.}$$

Les cristaux analyseurs étaient pour le silicium, un cristal de mica utilisant les raies $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$.

6,31 - Résultats obtenus sur l'acier du lot n° 3 contenant 0,58 % Si

Un échantillon a été examiné. A la figure n° 59 sont présentés :

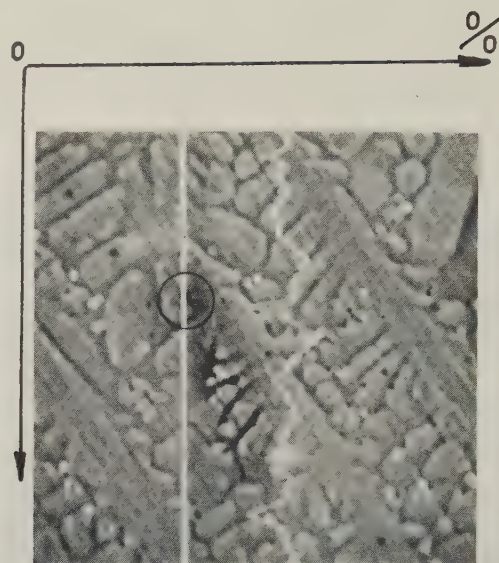
- l'image électronique négative de la zone examinée,
- les spectres d'analyse linéaire du Fer, Nickel, Silicium, Chrome et Manganèse.

Figure n° 59

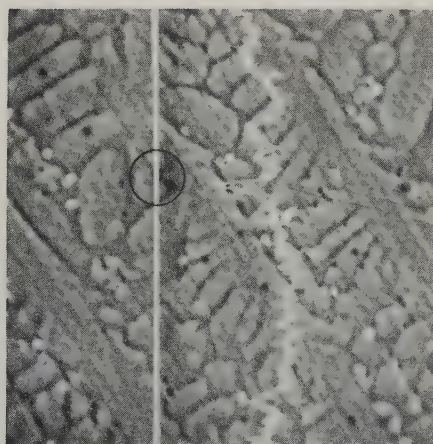
ECHANTILLONS 25_20

à 0,58% de Si N° 8.1

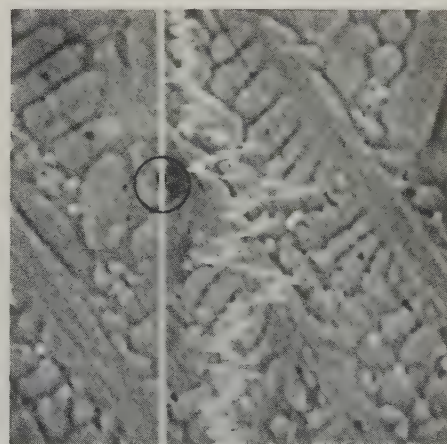
MICROGRAPHIES
ELECTRONIQUES X 1200



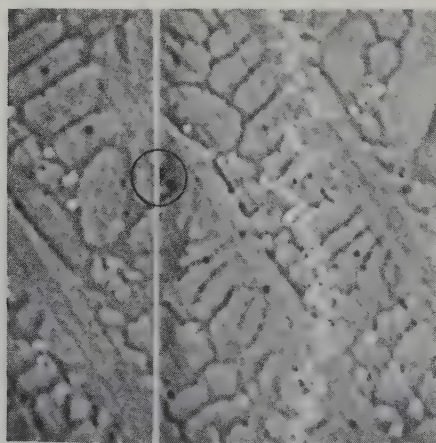
Profil des teneurs en Fe



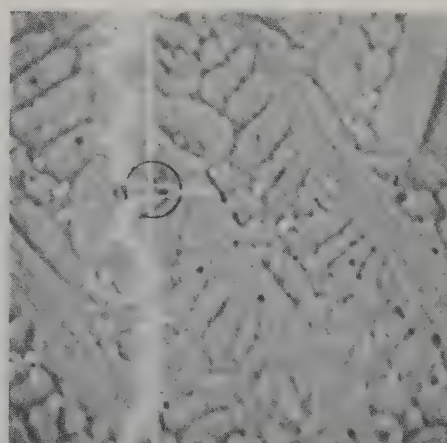
Profil des teneurs en Ni



Profil des teneurs en Si



Profil des teneurs en Cr



Profil des teneurs en Mn

Sur l'image électronique, on constate deux types de précipités :

- une phase sombre constituée d'éléments de numéro atomique Z moins élevé que la matrice (Fer). Cette phase n'est pas toujours ségrégée aux joints dendritiques, mais parfois dispersée dans la matrice, comme des inclusions.

- une phase claire constituée d'éléments de numéro atomique Z plus élevé que la matrice. Cette phase est généralement ségrégée aux joints des dendrites.

Sur la figure n° 59, nous avons entouré d'un cercle un précipité noir. Une analyse linéaire passant par ce point a été exécutée. On constate au passage du faisceau électronique sur le précipité noir :

- . une diminution simultanée des teneurs en Fer, Nickel et Chrome,
- . une augmentation simultanée des teneurs en silicium et manganèse.

On peut songer à l'existence d'inclusions de silicates de manganèse.

(voir figure n° 59)

6,32 - Résultats obtenus sur l'acier du lot n° 4 contenant 1,21 % de Si.

Sur l'image électronique positive au grossissement $g = 1\ 200$, figure n°60, on retrouve bien les deux types de précipités noir et blanc que nous avons cerclés.

Figure n° 60

$g=1200$ Précipités noirs et blancs encerclés

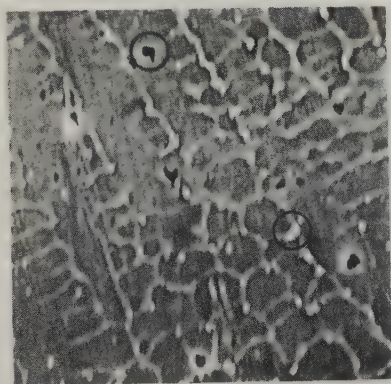
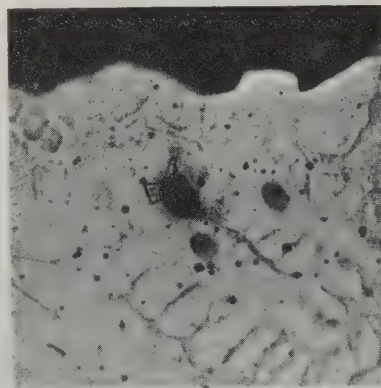


Figure n° 61

$g=1200$ Impacts de faisceau électronique



L'impact du faisceau électronique de la sonde étant de l'ordre de grandeur des précipités (et la zone contaminée étant trois fois plus grande), nous nous sommes limités à une analyse qualitative des précipités blancs. Cet impact est visible sur la figure n° 61. Les résultats obtenus sur un précipité blanc sont présentés au tableau n° 6 en coups par seconde du compteur.

TABLEAU n° 6

Point analysé	Cr coups/s	Si c/s	Mn c/s	Ni c./s	Fe c/s
précipité blanc(en réseau)	1900	80	175	1100	2700
matrice	1550	50	110	1100	3400

Les teneurs en phosphore et soufre étaient trop faibles pour permettre de déceler des différences notables.

EN CONCLUSION : au passage d'un précipité blanc, on constate :

- . une augmentation simultanée des teneurs en Chrome, Silicium, Manganèse.
- . une diminution de la teneur en Fer.
- . la teneur en Nickel demeure constante.

Il peut s'agir de silicates ou de siliciures de chrome et de manganèse.

6,33 - Résultats obtenus sur l'acier du lot n° 5 contenant 2,35 % Si

La figure n° 62 (voir page suivante) présente :

- l'image électronique négative de la zone examinée,
- les spectres d'analyse linéaire du Fer, Chrome, Nickel, Silicium, Manganèse.

On constate toujours l'existence des deux types de précipités blancs et noirs, mais ici, l'image étant négative, apparaissent :

- . en blanc : les précipités de numéro atomique Z plus élevé que la matrice (Fer).
- . en noir : les précipités de numéro atomique Z moins élevé que la matrice (Fer).

L'analyse linéaire passant sur un précipité blanc contenant un précipité noir, on constate :

- une baisse de la teneur en Fer.
- une augmentation simultanée des teneurs en silicium, manganèse et chrome.

Ces résultats confirment ceux obtenus sur le lot n° 4, mais sont moins significatifs à cause de la présence interne du précipité noir.

6,34.- Conclusions : En résumé, il existe deux types de précipités qui, en image positive, sont les uns blancs et les autres noirs. Nous avons déjà observé ces précipités en métallographie. Les résultats de l'analyse qualitative sont groupés au tableau n° 7.

TABLEAU N° 7

LOT	Si %	précipité	Fe	Ni	Cr	Si	Mn
:	:	(image positive)	:	:	:	:	:
3	0,58	blanc	↘	↘	↘	↗	↗
4	1,21	blanc	↘	→	↗	↗	↗
5	2,35	blanc + noir	↘	→	↗	↗	↗

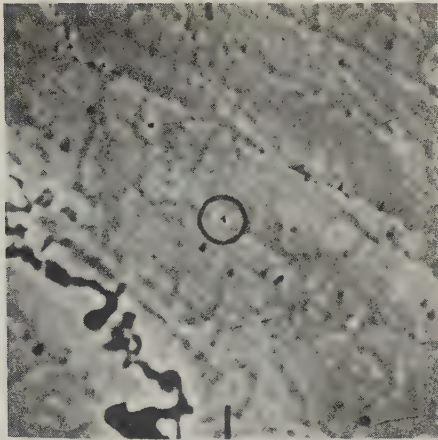
La baisse marquée de la teneur en Fer dans les précipités et aux joints de dendrites élimine l'hypothèse de ferrite résiduelle dans la structure. On peut formuler l'hypothèse de formation de siliciures et d'existence d'inclusions de silicates.

Ces résultats sont en bon accord avec ceux de P. AMIOT, J. HOCHMANN (35) qui, étudiant les ségrégations dendritiques d'un acier déposé par soudure de nuance Z 20 CNMW 17-13, avaient trouvé dans une phase interdendritique :

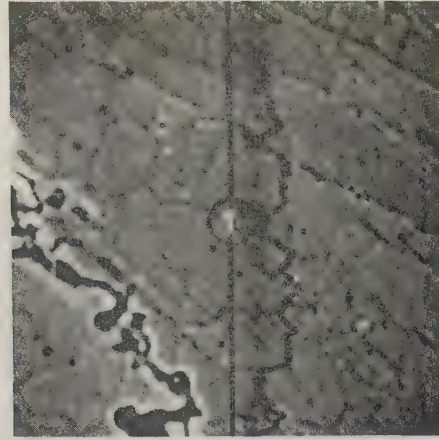
- . une augmentation des teneurs en chrome, Nickel et Manganèse
- . une diminution de la teneur en Fer.

Ces résultats sont en accord avec ceux de certains chercheurs qui, travaillant sur des dépôts de soudure d'acier inoxydable Z 10 CN 25-20, ont trouvé le long des fissures interdendritiques et dans leur prolongement l'existence d'une phase blanche ségrégée. (voir figure n° 63).

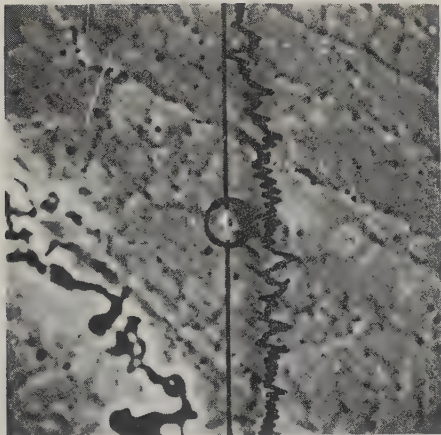
ECHANTILLON 25 - 20 A 2,35% DE Si



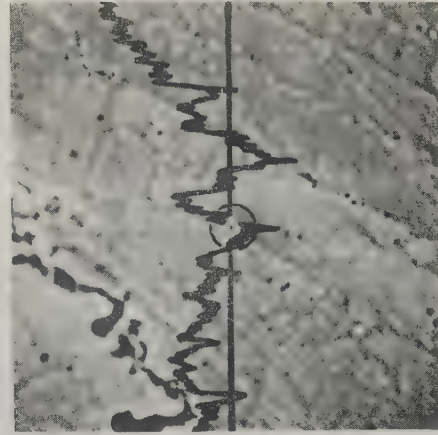
Micrographie électronique
 $g = 1200$



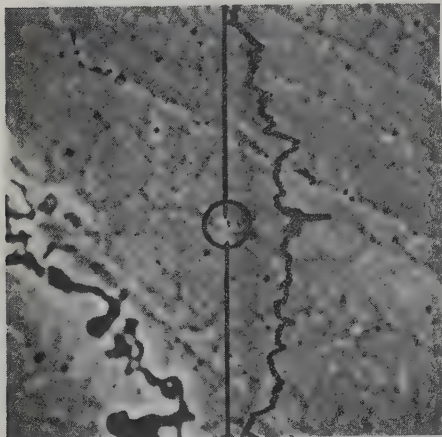
Profil des teneurs en Fe



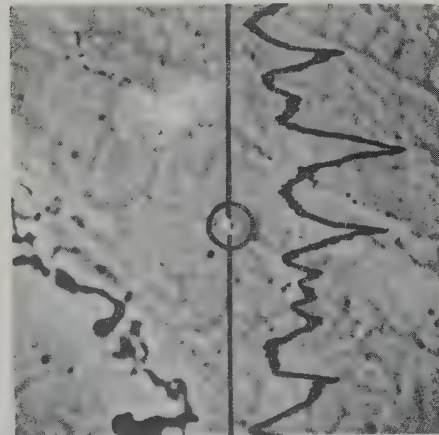
Profil des teneurs en Ni



Profil des teneurs en Si



Profil des teneurs en Cr



Profil des teneurs en Mn

Figure n°63

g=500

Attaque à l'acide oxalique

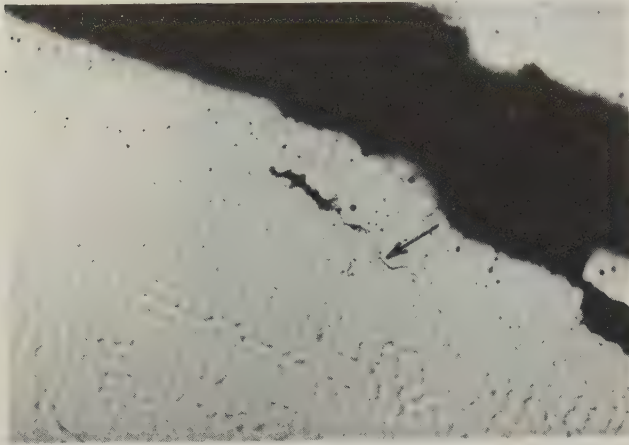
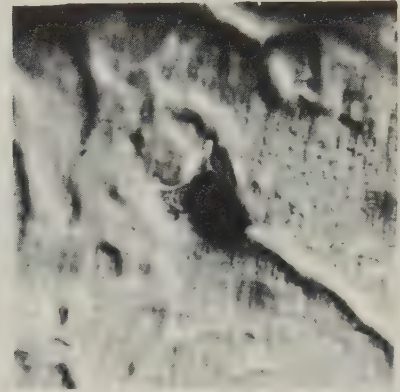


figure n°64 - g= 1725



Après examen à la microsonde de CASTAING, ils ont aussi constaté un enrichissement en silicium, manganèse et chrome dans cette phase par rapport à la matrice.

Voici quelques résultats d'analyse ponctuelle :

:	:	:	:	:	:
: Élément analysé	: Si %	: Mn %	: Ni %	: Cr %	:
:	:	:	:	:	:
: phase ségrégée	: 2,80	: 2,70	: 22	: 27	:
:	:	:	:	:	:
: matrice	: 1,20	: 1,40	: 19	: 22,5	:

6,4 -

ANALYSE QUANTITATIVE

Une tentative d'analyse quantitative du silicium et du manganèse a été opérée sur un précipité blanc décelé dans une soudure du lot n° 4 (1,21 % de Si) en exécutant des pointés d'une durée de 50 secondes, d'une part, sur le précipité, d'autre part, au centre d'une dendrite dans la matrice et dans un joint interdendritique ne contenant pas de précipité.

6,41 - Recherche de la teneur en silicium

Conditions de fonctionnement de la sonde

I = 0,1 μ A

U = 10 kV

régime régulé

fenêtre en nitrocellulose

réglage de la surface d'impact du faisceau à 1 μ^2

cristal analyseur : Mica

raies utilisées Si K α_1 et Si K α_2

Résultats obtenus

(voir tableau n° 8)

TABLEAU N° 8

LOT	analyse du	matrice coups/s	précipité coups/s	joint coups/s	Fond continu du: coups/s
4	Si	213-226-234-225 232-218	526-518-522	251	Si sur Fe pur 15-18
	Mn	2099-1887-1988	2964-2671		Mn sur Fe pur 104

Ceci nous permet de calculer la teneur en silicium du précipité :

moyenne de la matrice : 224,66 coups/s.
fond du silicium sur fer pur : 16,50 coups/s.
différence : 208,16 coups/s

On peut grossièrement admettre que 208,16 coups/s correspondent à 1,21 % de silicium.

teneur moyenne dans le précipité 522 coups/s.
fond du silicium sur le fer pur 16,5
différence : 505,5 coups/s

d'où la teneur en silicium du précipité

$$\text{Si \%} = \frac{505,5 \times 1,21}{208,16} = 2,93 \approx 3 \%$$

L'indice de ségrégation du silicium qui est le rapport de la concentration moyenne (EIP)* mesurée dans les espaces interdendritiques au droit d'un précipité à la concentration moyenne (CD)* mesurée dans le centre des dendrites est

$$I = \frac{\text{EIP}}{\text{CD}} = \frac{3}{1,21} = 2,45 \approx 2,5$$

6,42 - Recherche de la teneur en manganèse

Conditions de fonctionnement à la sonde

I = 0,05 μA

U = 20 kV

répime régulé
fenêtre en béryllium
réplage de la surface d'im-
pact du faisceau à 1 μ²
cristal analyseur : quartz
raie utilisée : Mn Kα₁

Résultats obtenus

(voir tableau n° 8)

Ce qui nous permet de calculer la teneur en manganèse du précipité

moyenne de la matrice : 1991 coups/s.
fond du manganèse sur le fer pur : 104 coups/s.
différence : 1887 coups/s.

* EIP = précipité dans un espace interdendritique
CD = centre de dendrite

En admettant que 1887 c/s correspondent à 1,60 % de manganèse, on a :

teneur moyenne dans le précipité :	2817 coups/s.
fond du manganèse sur le fer pur :	104 coups/s.
différence :	2713 coups/s.

d'où la teneur en manganèse du précipité

$$\text{Mn \%} = \frac{2713 \times 1,60}{1887} = 2,3 \% \quad \approx \quad 2 \%$$

L'indice de ségrégation du manganèse est donc :

$$I = \frac{E \text{ I } P}{C \text{ P}} = \frac{2,3}{1,6} = 1,44 \quad \approx \quad 1,5$$

6,43 - Examen métallographique de l'échantillon après analyse

Nous avons déjà signalé la grande difficulté de placer le centre du faisceau électronique de la sonde au coeur des précipités et ceci pour deux raisons :

- la petitesse des précipités étudiés,
- le faible grossissement ($g = 400$) du microscope optique lié à la sonde.

Aussi, afin de vérifier la position de l'impact du faisceau électronique sur la phase analysée, avons-nous inspecté, à sa sortie de la sonde, l'échantillon sur un banc métallographique à fort pouvoir séparateur. La figure n° 64 représente la zone étudiée au grossissement $g = 1\ 725$, en contraste interférentiel. Nous constatons :

- . l'allure eutectique ou eutectoïde de la ségrégation,
- . les impacts du faisceau électronique dans la matrice,
- . l'impact du faisceau électronique sur le précipité, cet impact comprend :
 - un coeur noir (impact proprement dit)
 - un entourage sombre (zone de contamination)

Nous avons remarqué que l'impact proprement dit est décalé et se situe en bordure de la phase ségrégée.

Les mesures effectuées ne sont donc que qualitatives.

En admettant que la surface d'impact est couverte au $\frac{1}{5}$ par la phase ségrégée, on peut admettre qu'il faut pour obtenir les teneurs réelles des éléments ségrégés multiplier les résultats obtenus par cinq.

On aurait ainsi dans le précipité une teneur

- en silicium de $3 \times 5 = 15 \%$ Si
- en manganèse de $2 \times 5 = 10 \%$ Mn

6,5 -

CONCLUSIONS

Les résultats des essais effectués au microanalyseur nous permettent de dire qu'il existe deux sortes de précipités apparaissant en image électronique positive, les uns en blanc, les autres en noir.

Les précipités noirs sont probablement des carbures formés aux joints dendritiques au cours de la solidification. Il n'est donc pas étonnant d'y déceler les éléments constitutifs du carbure $M_{23}C_6$: chrome et manganèse.

Les précipités blancs qui ont parfois un aspect lamellaire eutectique ou eutectoïde peuvent d'après leur teneur en silicium et manganèse être des siliciures ou des silicates. Les premiers se forment par ségrégation interdendritique du silicium, les seconds proviennent de l'emprisonnement de microéclats d'enrobage en cours de solidification. La baisse systématique des teneurs en fer dans les joints dendritiques et dans la phase blanche écarte l'hypothèse de formation de ferrite.

Les siliciures des métaux de transition sont des semi-métalliques, composés durs et réfractaires qui donnent naissance à des phases mixtes avec les carbures.

On peut ainsi expliquer l'existence de précipités qui, en image électronique négative, présentent :

- un coeur noir, riche en chrome et manganèse, probablement un carbure $M_{23}C_6$.
- une auréole blanche riche en silicium, probablement des siliciures.

Cette hypothèse ne pourrait être vérifiée que par microdiffraction électronique ou toute autre technique aussi fine.

CHAPITRE VII

-:-:-

ANALYSE EN DIFFRACTION DE RAYONS X -

-:-:-

Afin de connaître la nature des phases ségréguées dans les cordons de soudure de nuance 25 % Cr - 20 % Ni, nous avons procédé à une recherche par diffraction de rayons X, soit sur des aiguilles de métal directement extraites du cordon de soudure, soit sur des extractions de précipités par dissolution de l'acier dans un bain acide.

7,1 - RECHERCHE DE LA NATURE DES PRECIPITES OBSERVES SUR LES METAUX DEPOSES 25-20 A TENEUR VARIABLE EN SILICIUM -

Cette recherche a été exécutée sur des aiguilles métalliques et sur des extractions de précipités.

7,11 - Préparation des aiguilles

Les précipités étant particulièrement abondants dans le métal déposé du lot n° 5 contenant 2,35 % de silicium, nous avons limité nos investigations à cet acier.

Les cordons de soudure effectués avec les électrodes du lot n° 5 sur les plaques d'essai de fissuration type C.E.A. sont fortement fissurés, de sorte que nous n'avons pu par usinage mécanique extraire d'aiguilles métalliques.

7,111 - Exécution d'un cordon de soudure

Il s'agissait d'effectuer un cordon de soudure non bridé, en une seule passe, afin de retrouver la texture dendritique de solidification, avec toutes les ségrégations possibles, des cordons de soudure exécutés sur les plaques de fissuration.

Pour cela, nous avons déposé sur une tôle d'acier Z 10 CN 25-20, un cordon de soudure entre deux lattes de cuivre.

Le dépôt a été fait dans les mêmes conditions que sur une plaque d'essai de fissuration, c'est-à-dire : électrode de 4 mm de diamètre du lot n° 5 étuvée à 300°C et avec les mêmes paramètres de soudage que nous rappelons ci-dessous:

I = 140 Ampères
U = 25 Volts à l'arc
t = 10 à 12 secondes pour 5 cm.

7,112 - Usinage des aiguilles

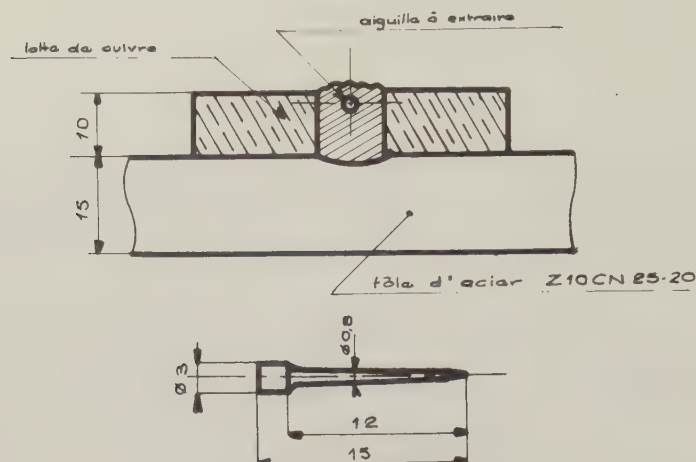
Les aiguilles ont été extraites mécaniquement par rabotage, sciage et tournage. Elles ont été prises le plus près possible de la surface du cordon (voir figure n° 65) de manière à :

- se trouver dans la région la plus fortement ségréguée,
- éviter la zone de dilution de la tôle support.

Les aiguilles ainsi usinées avaient approximativement les dimensions suivantes :

longueur : 12 mm
diamètre : 0,8 mm

FIGURE n° 65



7,113 - Amincissement électrolytique

Afin d'obtenir une pointe fine, les aiguilles ont subi une dissolution électrolytique dans un bain acide :

Bain acide : 95 % acide perchlorique
5 % acide acétique

courant continu fourni par un appareil de polissage électrolytique "Ellopol" - tension : 20-25 volts

temps d'attaque : variable d'un échantillon à l'autre, mais de l'ordre de 5 minutes

Le bain s'échauffe et doit être refroidi dans une cuve à circulation d'eau

anode + : aiguille en acier Z 10 CN 25-20

cathode - : circulaire D = 50 mm en feuille d'acier inoxydable Z 10 CN 25-20 de 0,5 mm d'épaisseur.

La figure n° 66 représente l'installation.

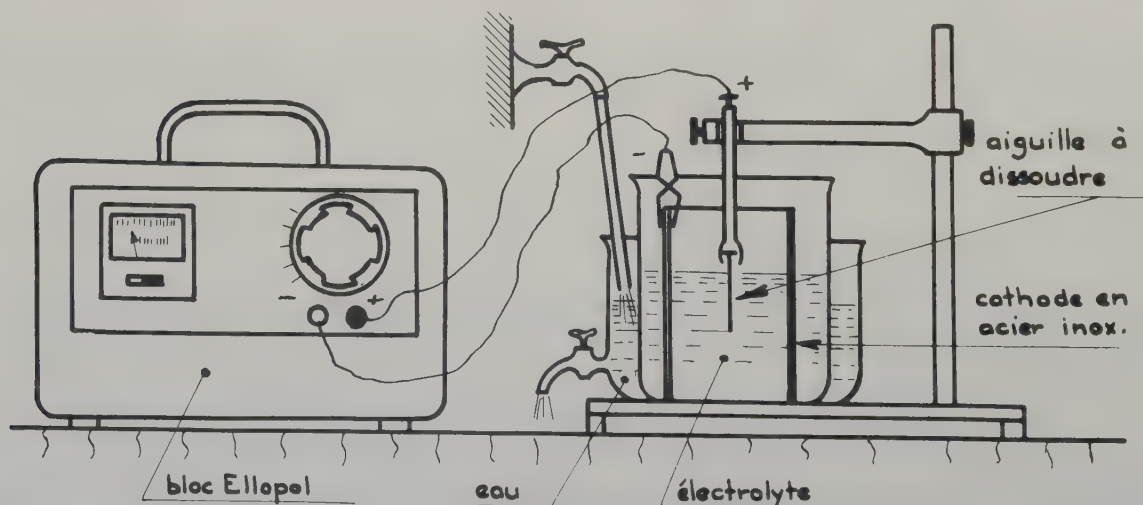


Figure n° 66

Après dissolution, lorsque la pointe est suffisamment fine, l'aiguille est lavée à l'eau distillée, puis séchée. Elle peut alors être placée dans une chambre de Debye-Scherrer.

7,12 - Extraction des précipités - Préparation de la poudre

Nous avons exécuté sur une tôle d'acier inoxydable de nuance Z 10 CN 25-20 un dépôt de soudure en une seule passe avec des électrodes du lot n° 5.

La tôle d'acier et la zone de dilution sont éliminées par rabotage. On obtient ainsi un cordon de soudure en une phase de la nuance désirée.

La surface de ce cordon est correctement nettoyée par piquage et brossage pour éliminer les traces de laitier résiduel. Il est même recommandé de meuler la surface obtenue ou de faire un décapage préalable dans un bain acide.

Avec le petit lingot d'acier ainsi obtenu, on peut opérer de deux façons. Nous avons essayé les deux méthodes :

7,121 - 1ère méthode

On attaque à froid, pendant 5 à 10 minutes, la surface du dépôt par immersion du lingot dans le mélange d'acides de composition suivante, recommandé par R.K. PITLER et G.S. ANSELL (36).

- 15 ml acide chlorhydrique
- 10 ml acide acétique
- 10 ml acide nitrique

Après séchage, le dépôt est recouvert au pinceau d'une ou plusieurs couches épaisses de vernis (Replic PA JACQUET ou autre vernis utilisé pour répliques métallographiques).

Après quelques heures de séchage, le vernis est décollé avec une aiguille lancéolée de la surface du lingot. Cette opération arrache les précipités qui ont été descellés de la matrice austénitique par l'attaque aux acides.

Les morceaux de vernis ainsi récupérés contiennent les extractions. Ils sont dissous dans l'acétate d'isopropyle ou un autre solvant. Les précipités tombent par gravité au fond du récipient.

Des additions d'alcool permettent avec des décantations successives, puis évaporation de l'alcool résiduel, de récupérer les précipités.

Il ne reste plus qu'à placer ces fins précipités dans un tube de Lindemann ou à les fixer sur un bâtonnet de verre à l'aide de Baume du Canada.

7,122 - 2ème méthode

Cette méthode ressemble beaucoup à la précédente. Elle consiste à attaquer plusieurs fois successives l'acier avec le même mélange acide. Si l'attaque est poussée au-delà des cinq minutes, les précipités se déposent au fond du récipient.

Lorsque leur quantité est suffisante, on retire le lingot d'acier. Des additions répétées d'alcool permettent d'éliminer les acides et de récupérer les précipités.

La suite des opérations est semblable au cas précédent.

7,13 - Pose du cliché de diffraction X -

Qu'il s'agisse d'aiguille métallique ou de bâtonnet recouvert de précipités, les conditions de pose sont voisines.

Nous avons utilisé une chambre de Debye-Scherrer de 76,5 mm de diamètre (constante de la chambre $C = 0,3746$), et le rayonnement $K\alpha_1$ d'anticathode au cobalt :

$$\lambda_{Co K\alpha_1} = 179,02 \text{ pm} \quad \approx \quad 179 \text{ pm.}$$

Un filtre en fer a permis d'éliminer les rayonnements parasites et d'éviter la diffusion.

Le filament de la cathode était chauffé par 6 m A;

Le temps de pose était de l'ordre de 5 à 6 heures.

Les aiguilles métalliques contenant peu de précipités nécessitent les temps de pose les plus longs.

7,14 - Clichés obtenus - Résultats -

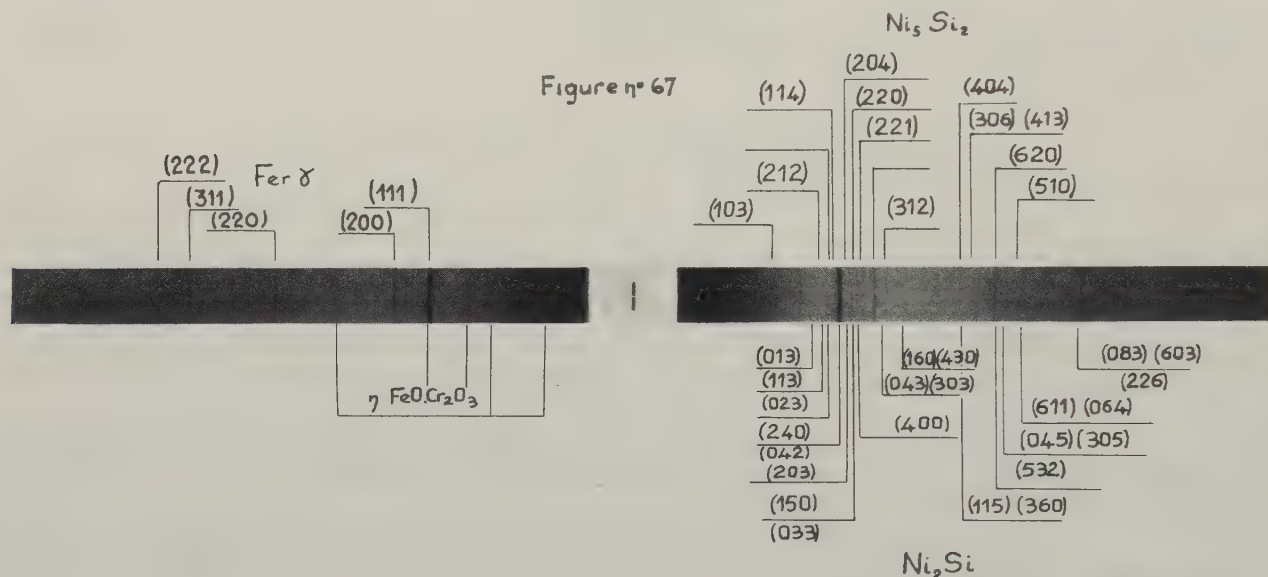
Trois clichés ont été exécutés, soit sur aiguilles, soit sur extraction de précipités :

- cliché n° 1 et 2 sur aiguilles

- cliché n° 3 sur extraction de précipités.

Les clichés n° 1 et 2 présentent des raies de très faible intensité.

Le cliché n° 3 présente par contre de nombreuses raies visibles sur la reproduction (voir figure n° 67).



Les résultats obtenus sont rassemblés au tableau n° 9 qui représente le dépouillement. Le cliché n° 1 sur aiguille n'a donné aucun résultat autre que la présence d'austenite. Par contre, les clichés n° 2 sur aiguille et 3 sur extraction de précipités sont en bon accord avec les composés suivants :

δ Fe γ ou austenite
 γ Ni₂ Si } siliciures de nickel
 γ Ni₅ Si₂ }
 η Fe O - Cr₂O₃ oxyde de fer et de chrome ou laitier.

Une trentaine de corps dont les cartes cristallographiques sont présentées au FINK INORGANIC INDEX to the POWDER DIFFRACTION ou cartes A.S.T.M. et représentant des combinaisons du Si, C, Cr, Ni, O, Fe, Mn ont été essayés.

Seules les cartes n° 5.0717
 3.0943
 3.0944
 3.1072
 3.1073
 et 4.0752 sont satisfaisantes.

TABLEAU N°9

Cliché n°1		Cliché n°2		Cliché n°3		$\theta^\circ \text{C.2L}$ avec C: 0,374 6	$\sin \theta$	d $\frac{\lambda}{2 \sin \theta}$ pm	Fe χ carte n° 5.0717	$\chi_{\text{Ni}_5\text{Si}_2}$ cartes 3.1072 3.1073	$\delta \text{Ni}_2\text{Si}$ cartes n° 3.0943 et 3.0944	I/I_1	$\chi_{\text{Ni}_5\text{Si}_2}$ cartes 3.1072 3.1073	I/I_1	ηFeO C_2O_3 carte 4.0752	I/I_1
I	2Lmm	I	2Lmm	I	2Lmm											
tf	61,5			tf	29	40,863 4	0,108 52	475				400	293	20	482	50
				tf	47,4	47,756 0	0,304 86	293							293	75
				mi	55	20,603	0,351 84	254							254	100
				tf	61,5	23,04	0,391 27	228			228					
tf	64,2			tf	63	23,599 8	0,400 35	224			218	20				
ttf	66,9			tf	64,2	24,049 3	0,407 53	219,6			212	60				
ti	68,2	ti	68,5	f	66,7	24,985 8	0,422 35	212	208		206	70	207	40	208	50
				ti	68,4	25,622 6	0,432 35	207			203	60				
				tf	70	26,222	0,441 77	202			198	100				
tf	71,8			tf	72,2	27,046 1	0,454 77	197			192	60	196	400		
				f	74,1	27,757 9	0,465 61	192			189	100	191	400	191	75
ttf	76,4			f	76,2	28,544 5	0,477 93	187			185					
ti	80	ti	80	i	80	29,968	0,499 50	179	180	80	179	20	177	50		
				tf	83,8	31,394 5	0,520 76	172			170	70	173	50	172	50
				tf	90	33,714	0,555 09	161			161	40			161	75
				tf	99	37,085	0,602 98	148							149	75
				ttf	111?	41,580 6	0,663 71	135			136-137	70-100	137	80	135	25
				ttf	114?	42,704 4	0,678 16	132					131-133	60		
i	120	i	120	mi	119,5	44,764 7	0,704 22	127	127	50	126	70	126	50	128	50
				tf	121,6	45,551 4	0,713 86	125					125	20		
				tf	123,5	46,263 1	0,722 57	124			122	60	123	40		
				tf	129,5	48,510 7	0,749 15	119			121	60	119-121	60		
i	148,9	i	149	mi	129,5	55,628 0	0,825 44	108	108	80	109-110	100	108-111	80	121	25
i	159,5	mi	160	f	159,5	59,748 7	0,863 84	104	1037	50	102-103	70-50	103	90	108	25

I = intensité

ti = très intense

i = intense

mi = moyen^e intense

f = faible

tf = très faible

ttf = très, très faible

2 L mm = longueur entre 2 raies symétriques

 I/I_1 intensité comparée à la raie la plus intense θ = angle de diffraction en degrés

d = distance inter réticulaire

CLICHÉS DE DIFFRACTION X SUR ACIER Z10CN 25-20 CONTENANT 2,35 % DE SILICIUM

7,15 - Conclusion

Dans un acier Z 10 CN 25-20 contenant 2,35 % de silicium et déposé par soudure, la métallographie optique et électronique nous a permis de déceler en plus de la matrice austénitique :

- une ségrégation interdendritique et interbasaltique d'aspect eutectique ou eutectoïde,
- des inclusions.

Les méthodes d'investigation de la radiocristallographie X nous permettent de penser que :

- l'eutectique est un complexe de deux siliciures de nickel



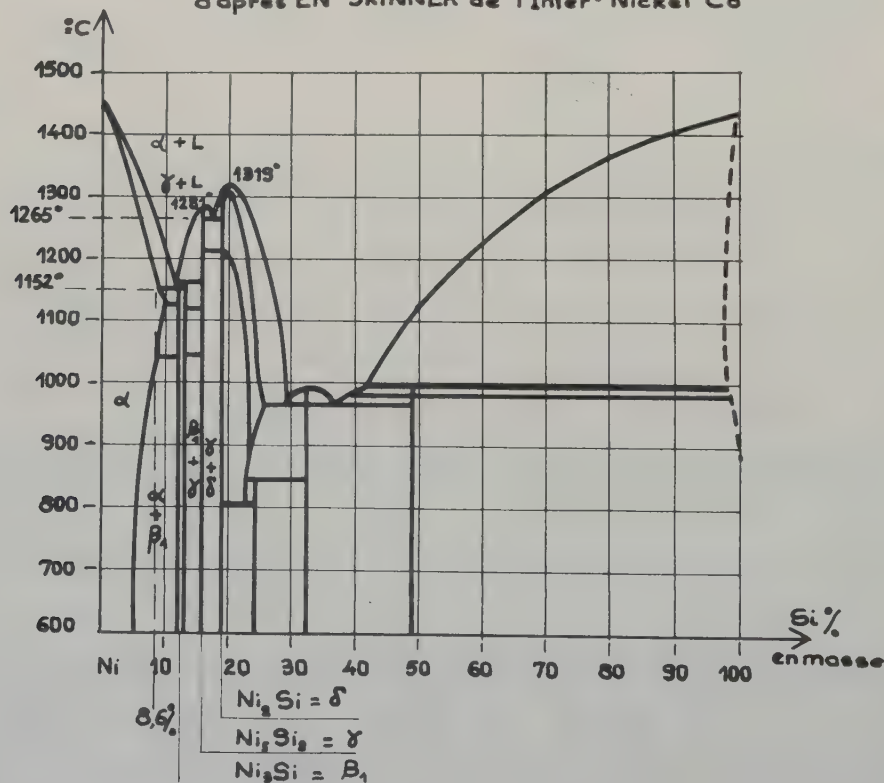
D'après Metals Handbook, ce complexe fond vers 1 265°C (voir figure n° 68, diagramme binaire Ni-Si). Les essais de traction à chaud nous ont permis de déceler une température de ductilité nulle de 1 250°C (voir figure n° 41), ce qui est en bon accord avec le diagramme Ni-Si.

- les inclusions sont du laitier de composition plus exacte (FeO, MnO) $\text{Cr}_2 \text{O}_3$ + faylite $(\text{FeO})_2 \text{SiO}_2$.

Il est ainsi démontré que le silicium peut atteindre aux joints des dendrites et basaltes une teneur de 16 à 20 % en masse pour une teneur moyenne de 2,35 % dans l'acier.

Figure n° 68

Diagramme d'équilibre nickel - silicium
d'après EN SKINNER de l'Inter-Nickel Co

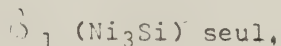


Ceci représente une ségrégation de 8,5, soit de l'ordre de 10.

Pour des dépôts contenant moins de 2,35 % de Si, nous aurions probablement trouvé d'autres siliciures moins riches en silicium tels que :



ou



mais plus difficiles à déceler, car en moindre quantité.

REMARQUE : La norme AWS-ASTM de fabrication des électrodes américaines de nuance 25-20 exige une teneur en silicium du dépôt : $\text{Si} < 0,8 \%$.

En admettant, ce qui est compatible avec nos résultats, une ségrégation de l'ordre de 10 dans la soudure, on atteint 8 % en Si dans les zones ségrégées.

Reportons-nous au diagramme binaire Ni-Si présenté à la figure n° 68, on constate bien l'apparition de l'agrégat eutectique $\alpha + \beta_1$ ou $\text{Ni} + \text{Ni}_3\text{Si}$ fondant à 1 152°C, pour une teneur de 8,6 % en masse de silicium.

La norme ASTM cherche ainsi à éviter la formation des siliciures en maintenant $\text{Si} < 0,8 \%$. Ceci nous permet aussi de constater que le taux de ségrégation 8,8 que nous avons trouvé est vraisemblable.

7,16 - Comparaison avec les résultats de la littérature

O.R. CARPENTER et N.C. JESSEN (16) dans leur étude de l'acier déposé 25 % Cr - 20 % Ni tiennent pour responsable de la fissuration à chaud des soudures, l'existence de films de silicates aux joints des grains. Il faut signaler que leur conclusion n'est basée que sur l'aspect de ces films en lumière polarisée au banc métallographique.

BORLAND rapporte que d'après MEDOVAR (22), les fissures de l'acier déposé par soudure seraient dues à la formation possible d'un eutectique silicium-nickel fondant vers 1 152°C, c'est-à-dire l'eutectique $\text{Ni} + \text{Ni}_3\text{Si}$. Mais MEDOVAR n'a pas démontré l'existence de ce siliciure.

D'autres auteurs (37) ont trouvé dans les aciers austénitiques au Cr-Ni contenant du niobium, l'existence du siliciure double de fer et de niobium $\text{Fe}_4\text{Nb}_5\text{Si}_3$.

Nous n'avons pas pu mettre en évidence dans l'acier Z 10 CN 25-20 la présence de silicates, par contre, en accord avec MEDOVAR, nous avons décelé par diffraction aux rayons X l'existence de siliciures dont la nature peut varier selon la teneur en silicium du dépôt.

CHAPITRE VIII

-:-:-

ANALYSE PAR SPECTRO-FLUORESCENCE X

-:-:-

Dans le but de vérifier la nature des phases interdendritiques ségréguées, nous avons déterminé, par spectro-fluorescence de rayons X, les éléments constitutifs de précipités extraits des dépôts de soudure.

8,1 - ETUDE SUR PRECIPITES EXTRAITS DU LOT N° 5

8,11 - Extraction des précipités -

Les précipités ont été extraits d'un dépôt d'acier inoxydable 25-20 exécuté avec une électrode du lot n° 5 déposant 2,35 % de silicium.

La méthode d'extraction par attaque de l'acier par un mélange d'acides a été exposée à propos de la préparation des échantillons pour diffraction X.

8,12 - Préparation de l'échantillon -

Les précipités sous forme de poudre, ont été fixés à un ruban adhésif du type Scotch, à double face. Le ruban était ensuite fixé sur un rectangle de Luccflex s'adaptant à la fenêtre du spectromètre.

8,13 - Appareillage - Conditions d'essais -

- Les essais ont été exécutés sur un spectromètre de fluorescence X Siemens.
- Deux essais ont été exécutés.

8,131 - Etablissement du spectre de Rayons X -

- cristaux analyseurs : fluorure de lithium Li F, $d = 201 \text{ pm}$
(compteur à scintillation)
.gypse $d = 759,9 \text{ pm}$
(compteur à flux gazeux)
- compteur à flux gazeux pour éléments légers : tension 1 865 V,
- compteur à scintillation pour éléments lourds : tension 610 V,
- seuil 10 V,
- canal 0,
- position intégration.

8,132 - Discrimination sur la raie $K\alpha_1$ du silicium

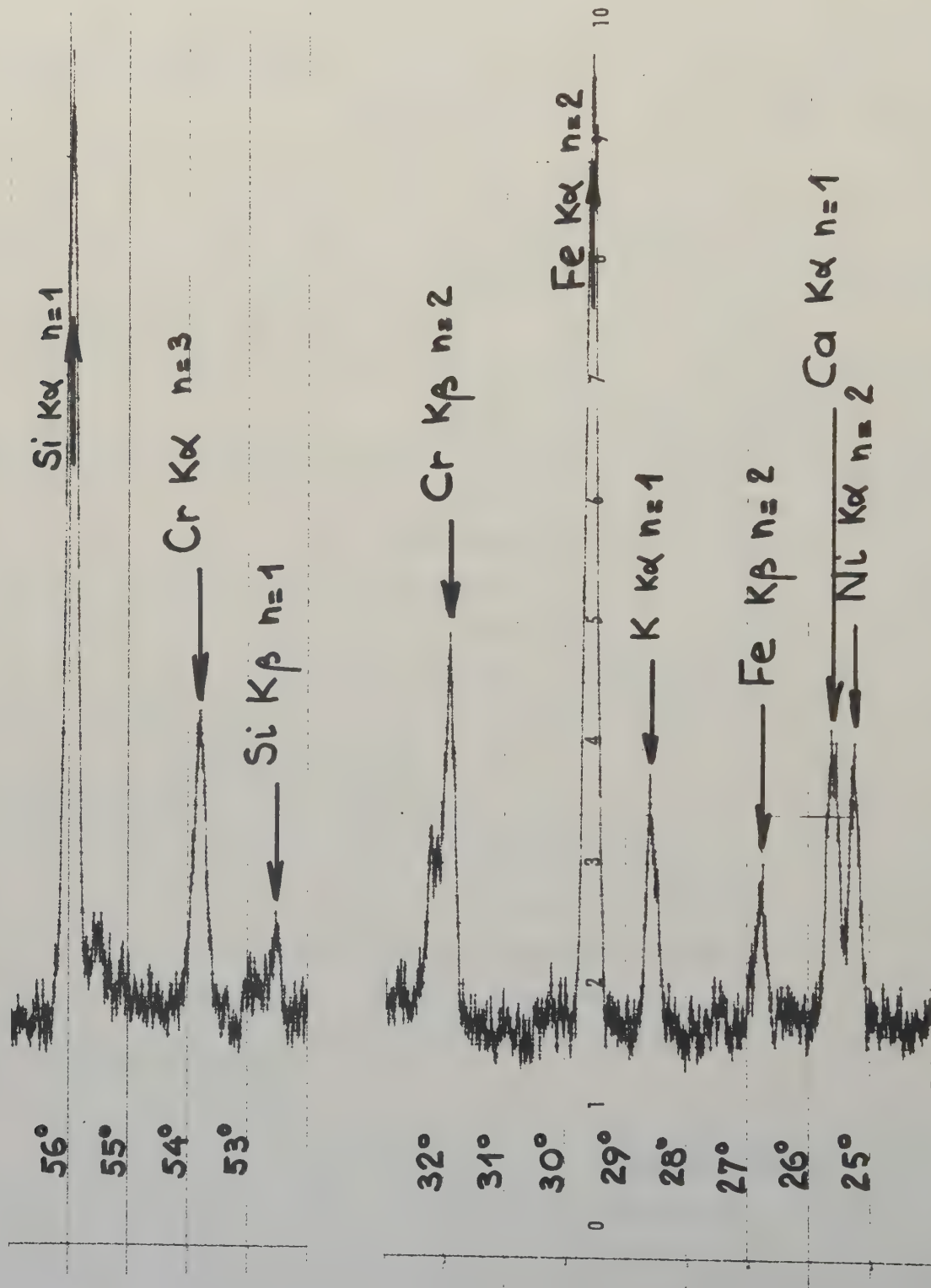
- cristal analyseur : gypse $d = 759,9 \text{ pm}$,
- compteur à flux gazeux,
- conditions de discrimination :
 - .tension du compteur 1 865 V,
 - .seuil 10 V,
 - .canal 10 V.

8,14 - Résultats obtenus

8,141 - En position intégration, nous avons obtenu le spectre présenté à la figure n° 69.

De ce spectre, ont été éliminés les pics dus aux raies des éléments provenant du Lucoflex ou du Scotch double face. Afin de discerner ces raies de celles dues aux éléments constitutifs de la poudre étudiée, nous avons enregistré séparément le spectre de l'ensemble Lucoflex et ruban adhésif Scotch.

SPECTRE DE FLUORESCENCE X SUR ACIER Z 10 CN 25-20 CONTE-
NANT 2,35% DE SILICIUM ET DEPOSE PAR SOUDURE.
Les précipités ont été extraits par attaque aux acides des dépôts.



On a observé les raies :

Fe K α	et	Fe K β	} dues à la poudre étudiée
Si K α	et	Si K β	
Ni K α			

Cr K α	et	Cr K β	dues à l'appareillage (tube)
K K α	et	Ca K β	dues au ruban adhésif + Lucoflex

8,142 - En position discrimination sur la raie Si K α .

Le spectre présenté à la figure n° 70 a été obtenu. On y remarque les raies :

Si K α et Si K β
Fe K β

La raie Si K α présente un pic particulièrement élevé du fait de la discrimination.

8,2 -

CONCLUSIONS

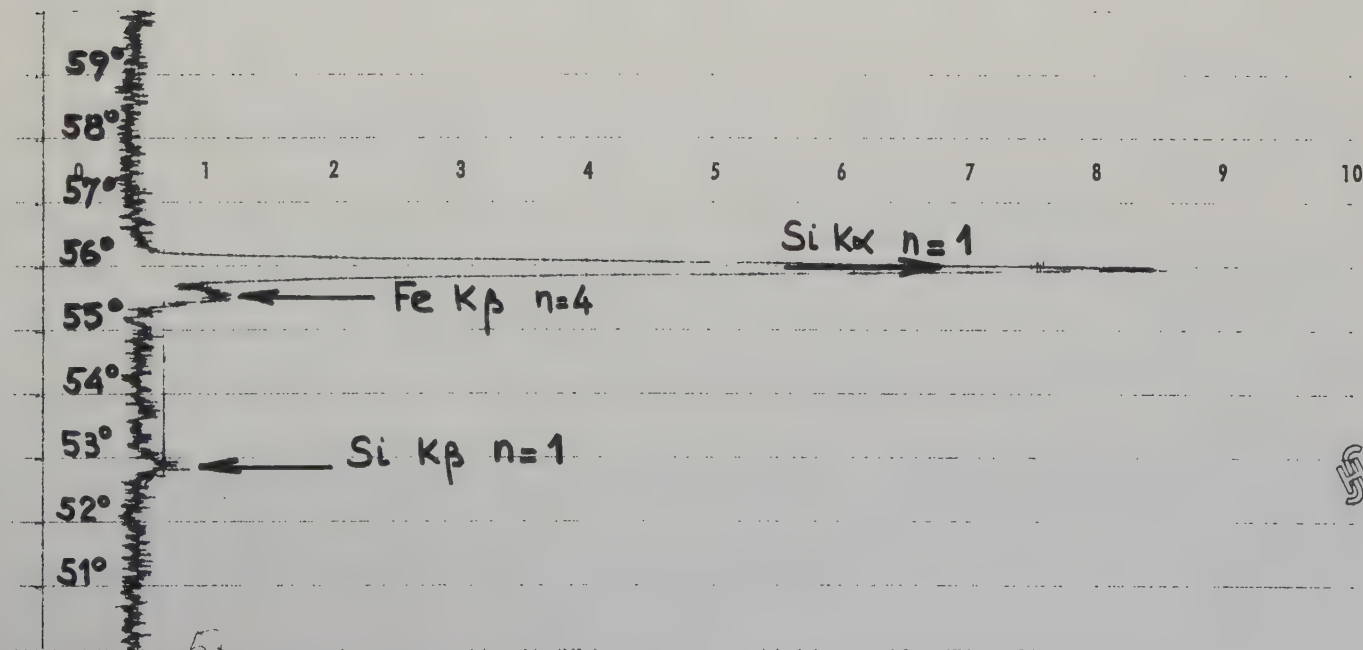
Les éléments constitutifs de la poudre étudiée sont principalement le Fer, le Silicium, le Nickel.

Ces résultats sont en bon accord avec ceux que nous avons obtenus par diffraction de rayons X, où nous avons trouvé dans les précipités extraits :

de l'austenite
et des siliciures de nickel.

Figure n°70

SPECTRE DE FLUORESCENCE X SUR EXTRAITS D'ACIER Z 10CN 25-20
CONTENANT 2,35% DE SILICIUM ET DEPOSE PAR SOUDURE
Discrimination sur la raie K α du silicium





CHAPITRE IX

-:-:-

CONCLUSION GENERALE

-:-:-

L'alliage Z 10 CN 25-20 déposé par soudure est l'un des alliages réfractaires les plus sensibles au phénomène de fissuration à chaud ou en cours de solidification.

Nous nous sommes proposé d'étudier de manière systématique l'influence d'additions progressives de silicium sur cette fissilité et d'en déterminer les causes métallurgiques et structurales.

- 1 - Les essais de fissuration des cordons de soudure en fonction des teneurs en silicium ont montré qu'il faut maintenir une teneur en silicium la plus faible possible. Les conditions opératoires de fusion des électrodes ne permettent pas de tenir une teneur en silicium trop inférieure à 0,30 %. Il n'est cependant pas recommandé de dépasser cette teneur.
 - 2 - Des essais systématiques de traction rapide à chaud au chauffage et au refroidissement exécutés sur des éprouvettes de soudure (en plusieurs passes) ont indiqué pour les nuances contenant du silicium, que la ductilité de l'acier est d'autant plus faible que la teneur en silicium s'accroît. Pour 2,35 % de silicium, un important intervalle de ductilité nulle signale l'existence d'une phase eutectique fondant vers 1 260°C.
 - 3 - Par métallographie optique et électronique, on a pu mettre en évidence l'apparition de ségrégations aux joints des dendrites et basaltes, certaines d'apparence eutectique ou eutectoïde. Ces phases sont d'autant plus abondantes que les teneurs en silicium sont plus élevées. Leur distribution évolue avec les teneurs depuis de petits globules jusqu'à de fins filaments presque continus aux joints des basaltes et des dendrites. Les fissures sont toujours interdendritiques et passent le long de ces films ségrégés.
- Des essais de dureté sur cordon de soudure ont indiqué que ces phases sont plus dures que la matrice austénitique. La dureté de l'acier est d'autant plus grande que les phases ségrégées sont plus abondantes. Une dureté importante a été remarquée pour l'acier du lot n° 2 dont le rapport Si/C n'est pas très différent de celui du carbure SiC.
- Cet accroissement de dureté permet de penser à l'existence de composés intermétalliques durs et fragiles ou de carbures, ce qui a été confirmé par les examens en diffraction X.
- 4 - Des échantillons prélevés dans des cordons de soudure en une seule passe ont été examinés après légère attaque à l'aide d'une platine chauffante.

Dans tous les échantillons étudiés, un réseau de filaments apparaît vers 900°, probablement suivant les joints de basaltes. Au cours du chauffage, les filaments grossissent, les phases ségrégées s'épaississent, coalescent et fondent.

Ces phases fondent vers 1 250°C dans les échantillons contenant 2,35 % de silicium.

- 5 - L'analyse à la microsonde de CASTAING a permis d'étudier les ségrégations mineures et de révéler quelques éléments ségrégés. De ces examens, il ressort que :

- au droit des précipités et des joints interdendritiques, il y a une baisse de la teneur en fer. Il n'y a donc probablement pas de ferrite.

- on peut distinguer trois types de précipités :
en image positive ,
 - des précipités blancs interdendritiques et interbasaltiques présentant une teneur élevée en silicium. On peut songer à des siliciures.
 - des précipités blancs répartis au hasard, aussi bien dans la matrice qu'aux joints dendritiques, et présentant une teneur élevée en silicium et en manganèse. On peut songer à des inclusions de silicates provenant de microéclats d'enrobage non fondus. Cette hypothèse est confirmée par leur aspect plus ou moins polygonal.
 - des précipités noirs interdendritiques présentant une teneur élevée en chrome et en manganèse. Leur disposition en chapelet aux joints dendritiques fait penser à des alignements de carbures du type $(Cr, Mn)_{23}C_6$.
- Les joints dendritiques, même en dehors des précipités, indiquent une ségrégation du Chrome, du Silicium, du Manganèse.

L'utilisation de la microsonde électronique a présenté quelques difficultés opératoires liées à l'extrême finesse des précipités. Nous n'avons pas pu effectuer d'analyse quantitative correcte.

6 - Des examens en diffraction aux rayons X sur aiguilles extraites mécaniquement des soudures monopasse ou sur poudres obtenues après attaque aux acides sur des dépôts ont permis de déceler, dans les échantillons contenant du silicium, des siliciures de nickel.

7 - Des analyses d'extraits de précipités en spectrofluorescence X ont indiqué que :

- les extraits d'échantillons contenant du silicium contenaient de fortes teneurs en silicium et nickel. Ce résultat confirme la possibilité de formation de siliciures de nickel.

8 - Selon l'école de MEDOVAR et PELLINI, la fissuration s'amorcerait au-dessus du solidus et serait liée à la présence et la distribution de films ségrégés. Pour l'école de MOCHVAN et TIELSCH, la fissuration s'amorcerait au-dessous du solidus et serait liée au phénomène de polygonisation (groupement des lacunes et dislocations).

La présence de nombreux films ségrégés est vérifiée. Leur distribution est un facteur important de la fissuration.

Des films longs et fins, mais discontinus, sont beaucoup plus nocifs que les îlots plus ou moins globularisés.

Ces films sont de diverses natures selon la teneur en silicium.

- Pour les très faibles teneurs en silicium, la ségrégation est insuffisante pour que des siliciures interdendritiques se forment.

- Pour de plus fortes teneurs, les siliciures Ni_3Si et $(Ni_5Si_2 + Ni_3Si)$ peuvent fragiliser les joints des dendrites et basaltés.

Les siliciures de nickel forment l'eutectique $Ni_2Si + Ni_5Si_2$ pour 2,35 % de silicium en masse, qui fond vers 1 260°C.

Nous pensons que la rupture fibreuse à chaud des cordons de soudure s'amorce à haute température (1 250°C - 1 300°C) et est due à la présence de ségrégations : composés intermétalliques fragiles ou agrégats eutectiques, selon la teneur en solution. Elle peut ensuite se poursuivre à plus basse température en cours de refroidissement du cordon de soudure, parce que les siliciures sont des combinaisons fragiles. Des fissures peuvent donc se former, soit au sein des précipités, soit par décollement de l'interface précipité-matrice.

Nos résultats semblent donc être en accord avec la théorie de MEDOVAR et PELLINI selon laquelle la fissuration à chaud des soudures et des pièces moulées s'amorce dans l'intervalle de température situé entre le liquidus et le solidus réel de l'acier, et serait due aux microségrégations d'éléments fragiles ou d'éléments à bas point de fusion.

B I B L I O G R A P H I E

-:-:-

- 1 - J.C. BORLAND.
Generalized Theory of super solidus cracking in welds and castings.
British Welding Journal. Août 1960. p. 508.
- 2 - B.I. MEDOVAR.
Study on hot cracking in chromium - nickel niobium austenitic welds
Avtomaticheskaya Svarka. 1955. Vol. 9. p. 79-90.
- 3 - RABKIN et FRUMIN.
The reasons for hot cracking in welds.
Avtomaticheskaya Svarka. 1950. n° 2.
- 4 - B.I. MEDOVAR.
The nature of hot cracks in welds.
Avtomaticheskaya Svarka. 1954. n° 4.
- 5 - N.F. LASHKO et S.V. LASHKO-AVAKYAN.
The reasons for hot cracking and methods of preventing it.
Avtomaticheskaya Svarka. 1955. n° 2.
- 6 - W.R. APBLETT et W.S. PELLINI.
Factors which influence weld hot cracking.
Welding journal. 1954. Vol. 33. n° 2. p. 1 830 à 1960.
- 7 - P. PUZAK, W.R. APBLETT, W.S. PELLINI.
Hot cracking of stainless steel weldments.
Welding journal. 1956. Vol. 35. n° 1.
- 8 - FRUMIN.
The mechanism by which crystallisation cracks occur during welding and surfacing.
Avtomaticheskaya Svarka. 1957. n° 1.
- 9 - AVAKYAN et LASHKO.
Influence de la composition chimique de quelques alliages d'aluminium binaires sur leur tendance à former des fissures à chaud lors de la soudure au chalumeau.
Affaire de l'Autogène n° 10. 1951.
- 10 - E.C. ROLLASON et D.F.T. ROBERTS.
An explanation of hot cracking mild steel welds.
Transactions of the Institute of Welding. Décembre 1950.
- 11 - A.A. BOTCHVAR et M.K. KHAKIMDZHANOVA.
Formation of hot cracks in aluminium alloys due to shrinkage stresses.
Trudy Instituta Tsvetmetzoloto. 1940. n° 8.
- 12 - V. BELOV.
The second conference on hot cracking in welded joints, castings and ingots.
Svar. Proiz. 1962. n° 11. p. 41-43.
- 13 - C.S. SMITH.
Trans. Amer. Inst. Mining. Met. Eng. 1948. Vol. 175. p. 15-52.
- 14 - B.A. MOCHVAN.
Relation entre la microhétérogénéité physique et la fissuration à chaud dans les soudures.
Svar. Proiz. 1962. n° 4. p. 6-8.

- 15 - R. CASTRO, P. QUINTON, R. POUSSARDIN.
Influence de l'oxygène sur la déformabilité à chaud des aciers
inoxydables austénitiques.
Mémoires Scientifiques de la revue de Métallurgie. LX n° 1. 1963.
- 16 - O.R. CARPENTER et N.C. JESSEN.
Some Factors controlling the ductility of 25 % Cr - 20 % Ni Weld
Deposits.
Welding journal. Décembre 1947. p. 728 s.
- 17 - G.E. LINNERT et F.K. BLOOM.
Discussion on "the effect of alloying elements on the tensile
properties of 25-20 weld metal".
Welding journal. Février 1947. p. 119 s.
- 18 - CHALMERS.
Métallurgie Structurale.
- 19 - C.T. GAYLEY.
Some metallurgical aspects of austenitic welds.
The Welding journal. Janvier 1949. p. 24.
- 20 - H. CAMPBELL et R. DAVID THOMAS.
The effect of alloying elements on the tensile properties of 25-20
weld metal.
Welding journal. Novembre 1946. p. 760 s.
- 21 - D. ROZET, H.C. CAMPBELL, D. THOMAS.
The effect of weld metal composition on the strength and ductility
of 15 % Cr 35 % Ni welds.
The Welding journal. Octobre 1948. p. 481 s à 491 s.
- 22 - J.C. BORLAND et R.N. YOUNGER.
Some Aspects of cracking in austenitic Cr-Ni welds.
British Welding journal. Janvier 1960. Vol. 7. n° 1. p. 22 à 57.
- 23 - H. THIELSCH.
Alloying elements in chromium nickel stainless steels.
Welding journal. Août 1950 supplément.
- 24 - W.J. CAMPBELL.
Steel Processing. 1946. n° 32. p. 431-435.
- 25 - WILLIAMS, RIEPPEL, VOLDRICH.
Literature survey on weld metal cracking.
Summary Report Contract. n° AF (33)(038) 12619 Août 1951.
- 26 - NIPPES, W.F. SAVAGE, B.J. BASTIAN.
An investigation of the hot ductility of high temperature alloys.
Welding journal. Avril 1955. p. 183 s à 1 965.
- 27 - R.P. SOPHER, A.H. JACOBS et P.J. RIEPPEL.
Investigation of weld metal cracking in high-strength steel
Welding journal. Novembre 1955. p. 544 s à 552 s.
- 28 - R.P. SOPHER.
Effects of chemical composition on cracking resistance of high
strength steel weld metals.
Welding journal Novembre 1958.
- 29 - H.W. MISHLER, R.E. MONROE et P.J. RIEPPEL.
Studies of hot cracking in high-strength weld metals.
Welding journal. Janvier 1961. p. 1 s à 7 s.

- 30 - C.S. WILLIAMS.
Steel strength and ductility response to arc-welding thermal cycles.
Welding journal. Janvier 1963. p. 1 s à 8 s.
- 31 - W.A. TILLER.
Chapitre sur la solidification. p. 436.
Physical Metallurgy. Edité par RW. CAHN. 1965.
- 32 - J. HEUSCHKEL.
Initial characteristics of chromium-nickel steel weld metals.
Papier présenté au AWS National Spring Meeting. Kansas City 7 à
10 Juin 1955.
- 33 - G.V. SMITH.
Some aspects of the metallography of stainless steel and stainless-
steel weldments.
Welding journal. Mai 1956. p. 462.
- 34 - D.M. HADDRILL et R.G. BAKER.
Microcracking in austenitic weld metal.
British Welding journal. Août 1965. p. 411-419.
- 35 - PAMIOT, M. HOLLARD, J. HOCHMANN.
Contribution à la mise en oeuvre par soudage des aciers utilisés aux
très basses températures.
Revue de Métallurgie. Septembre 1965.
- 36 - R.K. PITLER, G.S. ANSELL.
Precipitation in a high nickel maraging steel.
Transaction of A.S.M. Vol. LVII. Mars 1964.
- 37 - Symposium on the nature occurrence and effect of sigma phase.
A.S.T.M. Special Technical Publication. n° 110. 1951.
- 38 - D. ADENIS et P. BLANCHARD.
Fragilité et fragilisation des métaux et alliages.

-:-:-:-

R E M E R C I E M E N T S

-:-:-

Nous tenons à remercier tous ceux qui nous ont aidé par leur contribution ou par leurs conseils à entreprendre et développer cette étude, et tout particulièrement :

- . L'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique de Nantes
- . La Société SARAZIN Soudure
- . La Société METALABO
- . La Soudure Autogène Française
- . Les Etablissements Colombet et Charreyre
- . Les Tréfilleries et Ateliers de Commercy
- . La Direction Technique des Constructions Navales
- . La Société DELVILGEM et JEOLCO
- . La Société CAMECA
- . Les Aciéries Electriques d'UGINE
- . La Société Commentryenne des Aciers fins Vanadium Alloys
- . Les lycées Techniques de BREST - VOIRON - MARSEILLE.

Nous nous excusons de ne pas citer les noms des personnes et amis qui nous ont soutenu, mais ils peuvent tous croire à notre gratitude, car nous avons apprécié leur aide.

Deuxième Thèse

Propositions données par la Faculté

LES MATERIAUX REFRACTAIRES A USAGE SPATIAL

VU

Le Directeur de Thèse

F. GOBIN

VU et APPROUVE

NANTES, le

Le Doyen de la Faculté des Sciences

G. BRILLOUET

VU

Le Président du Jury

Y. PIRONNEAU

VU et PERMIS d'IMPRIMER

NANTES, le

*Le Recteur de l'Académie de Nantes
Président du Conseil de l'Université*

M. SCHMITT

ERREURS

Quelques erreurs s'étant glissées dans le texte, nous vous prions de bien vouloir nous excuser. La liste ci-dessous indique les corrections à apporter.

- Page 2 ligne n° 3 lire "25% Cr" et non "25% Gr"
- Page 9 ligne dernière lire "l'angle dièdre θ "
- Page 10 ligne n° 16 lire "pour toutes les valeurs $T < 0,5$ "
- Page 12 6° ligne à partir du bas lire "la distribution"
- Page 12 3° ligne à partir du bas lire " $\theta > 60^\circ$ "
- Page 15 3° ligne lire "angle dièdre θ "
- Page 17 4° ligne à partir du bas lire "ainsi"
- Page 21 2° ligne lire "25% Cr"
- Page 22 avant dernière ligne lire "leurs extrémités"
- Page 24 ligne n° 8 lire "Z10 CND 20-10"
- Page 24 ligne n° 23 lire "Z2 CN 18-12"
- Page 29 figure n° 27 lire photo n° 2 g = 3
photo n° 3 g = 2
- Page 39 ligne n° 7 lire "écroulement"
- Page 40 lignes n° 3 et n° 4 lire "striction"
- Page 43 figure n° 40 lire "0,15% Si"
- Page 48 dernière ligne lire "Z10 CN 18-10"
- Page 50 ligne n° 2 lire "polissage"
- Page 65 dernière ligne lire "s'épaississent"
- Page 83 ligne n° 5 lire "en une passe"
- Page 94 ligne n° 28 lire "distribution"
-

